

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 998 241**

51 Int. Cl.:

C08G 18/71 (2006.01)

C08G 65/336 (2006.01)

C08L 71/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.12.2019 PCT/EP2019/085139**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.06.2021 WO21115621**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.12.2019 E 19829477 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.08.2024 EP 4073137**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de polímeros terminados en organiloxisilano**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
19.02.2025

73 Titular/es:

**WACKER CHEMIE AG (100.00%)
Gisela-Stein-Straße 1
81671 München, DE**

72 Inventor/es:

**STANJEK, VOLKER y
ZANDER, LARS**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 998 241 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

Procedimiento para la preparación de polímeros terminados en organiloxisilano

5 La invención se refiere a un procedimiento para preparar polímeros terminados en organiloxisilano, así como a su uso para producir adhesivos y selladores.

10 Los sistemas poliméricos que disponen de grupos alcoxisililo reactivos, en particular poliéteres terminados en silano, se conocen desde hace mucho tiempo. Al contacto con el agua o bien la humedad atmosférica, estos polímeros terminados en alcoxisilano pueden condensarse entre sí a temperatura ambiente, eliminando los grupos alcoxi. Una de las aplicaciones más importantes de estos materiales es la producción de adhesivos, especialmente sistemas adhesivos elásticos.

15 Para la producción de productos comercialmente disponibles, son de particular importancia tres procedimientos diferentes para preparar polímeros terminados en silano. Sin embargo, en este caso los tres procedimientos se caracterizan respectivamente por desventajas o bien problemas específicos:

20 1. La preparación de los denominados poliuretanos terminados en silano a partir de poliéteres, diisocianatos y silanos aminoalquilfuncionales. Lo desventajoso de este procedimiento es la prolongación de la cadena que aparece simultáneamente, ya que una parte de los diisocianatos empleados con ambos grupos isocianato reaccionan con una molécula de poliéter, con lo que se forman polímeros dimerizados con la doble masa molar. Esto conduce a un aumento de la polidispersidad de M_w/M_n , lo que, de nuevo, tiene como consecuencia que los productos correspondientes presentan una viscosidad relativamente alta, referida a su masa molar media M_n . Masas molares M_n altas son en este caso cruciales para lograr las mejores propiedades mecánicas posibles de los materiales endurecidos (p. ej., alta resistencia al desgarro en combinación con un alto alargamiento de rotura). Por el contrario, para la mejor procesabilidad posible de los adhesivos o selladores líquidos son deseables viscosidades bajas. Por consiguiente, la imposibilidad de producir polímeros terminados en silano con el mayor peso molecular posible y al mismo tiempo con la menor viscosidad posible representa una desventaja importante.

30 2. Preparación de poliéteres terminados en silano mediante ailiación de sus grupos hidroxilo en posición terminal con posterior hidrosililación de los extremos de la cadena ailiica formada en este caso. Lo desventajoso de este procedimiento es el hecho de que, en particular, la hidrosililación no discurre de forma completa, de modo que se obtiene una proporción elevada de extremos de la cadena no silanizados y, por lo tanto, tampoco reticulables. Esto tiene un impacto negativo en las propiedades mecánicas de los adhesivos y selladores curados que pueden producirse a partir de estos polímeros.

35 3. Preparación de poliéteres terminados en silano mediante reacción de sus grupos hidroxilo en posición terminal con alcoxisilanos isocianatoalquil-funcionales. Este procedimiento permite una terminación casi completa de la cadena, sin que se produzca al mismo tiempo una prolongación de la cadena y, por consiguiente, evita las desventajas de los dos sistemas arriba descritos. Sin embargo, lo problemático es que los alcoxisilanos isocianatoalquil-funcionales necesarios para este procedimiento son altamente tóxicos, por lo que se debe garantizar que ya no estén presentes en el producto final, es decir, en el polímero terminado en silano.

40 En el estado de la técnica se describen diferentes procedimientos sobre cómo se puede resolver este problema y cómo se pueden evitar eventuales residuos de isocianato en el producto final. En el documento EP-A 1535940 las relaciones de educto se eligen de modo que el isocianatosilano reaccione completamente en las condiciones de reacción elegidas en cada caso. Sin embargo, un procedimiento de este tipo es propenso a errores, ya que incluso errores de dosificación pequeños conducen a que se dosifique demasiado isocianatosilano en el polímero terminado en silano o a una dosificación demasiado pequeña de isocianatosilano, lo que conduce a extremos de cadena no silanizados y, con ello, no reactivos, lo que finalmente tiene como consecuencia propiedades mecánicas no suficientemente constantes de los adhesivos y selladores producidos a partir de estos polímeros.

50 Para la solución de esta problemática, en el documento EP-A 1896523 se propone producir los polímeros terminados en silano en un procedimiento continuo, en el que el isocianatosilano se emplea en exceso y, en una etapa posterior, se mezclan los posibles restos de isocianatosilano que no han reaccionado con un compuesto reactivo con isocianato, p. ej., un alcohol o una amina. Lo desventajoso de este procedimiento es, sin embargo, que el producto de captura de esta reacción, un di- o tri-alcoxisilano con función uretano o bien urea monomérico permanece en la mezcla de reacción y, por consiguiente, influye en las propiedades mecánicas del producto final endurecido. Los dialcoxisilanos actúan en este caso de forma suavizante, por el contrario los tri-alcoxisilanos aumentan la dureza debido a su capacidad para aumentar la densidad de la red.

55 El documento DE 10 2007 006147 A1 da a conocer un procedimiento para la preparación de silanos que disponen de una función isocianato, en el que los silanos se purifican tras su preparación química y, tras la purificación, se manipulan exclusivamente en una atmósfera con una humedad relativa del aire inferior al 10 %.

60 El documento EP 3 546 468 A1 da a conocer un procedimiento en cuatro etapas, en el que en la tercera etapa i) el material del fondo se descarga total o parcialmente del sistema de aparato de división, ii) se trata térmicamente y/o se purifica y/o

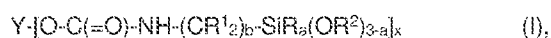
se somete a un tratamiento posterior en presencia de alcohol y iii) el material eliminado se aporta nuevamente a la segunda o tercera etapa después del tratamiento térmico y/o de la purificación y/o del post-tratamiento.

5 Con respecto al producto final, es decir, el adhesivo o sellador completamente formulado, esto puede ser deseable en casos particulares, pero también puede no serlo.

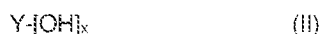
10 Por lo tanto, desde el punto de vista de un productor de polímeros reticulantes de silano, sería deseable en cualquier caso poder proporcionar un producto que esté en gran medida exento de silanos monoméricos adicionales, de modo que el formulador de un adhesivo o sellador tenga la máxima libertad posible de formulación y pueda decidir por sí mismo si desea añadir o bien qué silanos monoméricos desea añadir a su formulación final respectiva.

15 Por lo tanto, el cometido de la invención era proporcionar un procedimiento para la preparación de polímeros con funcionalidad silano que no presente las desventajas del estado de la técnica descritas anteriormente ni otras desventajas tales como, p. ej., una decoloración.

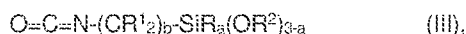
Objeto de la invención es un procedimiento para la preparación de polímeros terminados en silano (SP) de Fórmula (I)



20 caracterizado porque en una 1ª etapa del procedimiento al menos un polímero (OHP) de la Fórmula (II)



25 se hace reaccionar con al menos un silano isocianato-funcional (IS) de la Fórmula (III)



30 con la condición de que los silanos isocianato-funcionales (IS) se empleen en tal cantidad que por cada grupo hidroxilo en los compuestos (OHP) existan al menos 1,05 grupos isocianato en los silanos (IS), en donde

- 35 Y significa un radical de polímero x-valente,
 los R pueden ser iguales o diferentes y representan un radical hidrocarbonado monovalente, eventualmente sustituido,
 los R¹ pueden ser iguales o diferentes y representan un átomo de hidrógeno o un radical hidrocarbonado monovalente, eventualmente sustituido,
 los R² pueden ser iguales o diferentes y representan un átomo de hidrógeno o un radical hidrocarbonado monovalente, eventualmente sustituido,
 x es un número entero de 1 a 50, preferentemente 1, 2 o 3, de forma especialmente preferente 2,
 a puede ser igual o diferente y es 0, 1 o 2, preferiblemente 0 o 1, y
 b puede ser igual o diferente y es un número entero de 1 a 10, preferentemente 1, 3 o 4, de forma especialmente preferente 1 o 3, en particular 1,

45 a continuación en una 2ª etapa del procedimiento, los grupos isocianato de los silanos (IS) que no han reaccionado en la mezcla de reacción obtenida en la 1ª etapa del procedimiento se hacen reaccionar con al menos un alcohol (A) de la Fórmula (IV)



50 en donde R³ representa un radical hidrocarbonado con 1 a 4 átomos de carbono,

y, a continuación, en una 3ª etapa del procedimiento,

55 la mezcla de reacción obtenida en la 2ª etapa del procedimiento se conduce a través de una unidad de evaporación (VD), en la que la mezcla de reacción en un espesor de capa de como máximo 5 cm se somete a una presión de a lo sumo 80 mbar y a temperaturas de a lo sumo 200 °C, en la que el carbamatosilano (CS) de Fórmula (V)



60 formado en la 2ª etapa del procedimiento, en la que todas las variables tienen el significado arriba mencionado, se evapora al menos parcialmente y se elimina.

El contenido de carbamatosilano en la mezcla de reacción obtenida según el procedimiento según la invención asciende preferentemente a lo sumo a 0,3 % en peso, de forma especialmente preferente a lo sumo a 0,2 % en peso, en particular a lo sumo a 0,1 % en peso, en cada caso referido al peso total de la mezcla de reacción.

El contenido de carbamatosilano se determina en este caso preferentemente según el procedimiento descrito en el Ejemplo 2.

5 En el caso de la unidad de evaporador (VD) empleada según la invención se puede tratar de cualquier unidad de evaporador conocida hasta ahora tal como, p. ej., un evaporador de película fina, de película descendente o de recorrido corto, que se prefieren.

10 En la 3ª etapa del procedimiento según la invención, el espesor de capa preferido de la mezcla de reacción, preferentemente en forma de una película líquida en la unidad de evaporador (VD), es preferentemente de como máximo 2 cm, de forma especialmente preferente de como máximo 1 cm, en particular de como máximo 0,5 cm, de manera muy especialmente preferida de como máximo 0,3 cm.

15 El carbamatosilano (CS) es en principio muy poco volátil y, además, puede formar enlaces de puentes de hidrógeno con los grupos uretano del polímero terminado en silano (SP). Por lo tanto, no se puede eliminar en un período de tiempo aceptable mediante destilación convencional, en la que la mezcla de reacción que contiene el polímero (SP) y el carbamatosilano (CS) se agita en un matraz de laboratorio o en una caldera de producción. Esto también se aplica si la destilación se lleva a cabo a altas temperaturas del fondo y a un muy buen vacío. Al mismo tiempo existe el problema de que las altas temperaturas del fondo conducen a reacciones secundarias indeseables, p. ej., decoloración y/o a una degradación parcial del polímero (SP).

20 Tanto más sorprendente fue el descubrimiento de que el carbamatosilano (CS) se puede eliminar sin problemas de la mezcla de reacción mediante el procedimiento según la invención en la unidad de evaporador empleada según la invención, también en condiciones sorprendentemente suaves.

25 Ejemplos de radicales R son radicales alquilo, tales como el radical metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, 1-n-butilo, 2-n-butilo, iso-butilo, terc.-butilo, n-pentilo, iso-pentilo, neo-pentilo, terc.-pentilo; radicales hexilo, tales como el radical n-hexilo; radicales heptilo, tales como el radical n-heptilo; radicales octilo, tales como el radical n-octilo, radicales iso-octilo y el radical 2,2,4-trimetilpentilo; radicales nonilo, tales como el radical n-nonilo; radicales decilo, tales como el radical n-decilo; radicales dodecilo, tales como el radical n-dodecilo; radicales octadecilo, tales como el radical n-octadecilo; radicales cicloalquilo, tales como el radical ciclopentilo, ciclohexilo, cicloheptilo y radicales metilciclohexilo; radicales alquenoilo, tales como el radical vinilo, 1-propenilo y el radical 2-propenilo; radicales arilo, tales como el radical fenilo, naftilo, antrilo y fenantrilo; radicales alicarilo, tales como radicales o-, m-, p-tolilo; radicales xililo y radicales etilfenilo; y radicales aralquilo, tales como el radical bencilo, el radical α - y el radical β -feniletilo.

30 Ejemplos de radicales R sustituidos son radicales haloalquilo, tales como el radical 3,3,3-trifluoro-n-propilo, el radical 2,2,2,2',2',2'-hexafluoroisopropilo y el radical heptafluoroisopropilo, y radicales haloarilo, tales como el radical o-, m- y p-clorofenilo.

40 Preferiblemente, en el caso del radical R se trata de radicales hidrocarbonados monovalentes con 1 a 6 átomos de carbono, eventualmente sustituidos con átomos de halógeno, de manera especialmente preferida radicales alquilo con 1 o 2 átomos de carbono, en particular el radical metilo.

45 Ejemplos de radicales R¹ son el átomo de hidrógeno, los radicales indicados para R, así como radicales hidrocarbonados unidos al átomo de carbono a través de un grupo nitrógeno, fósforo, oxígeno, azufre, carbono o carbonilo, eventualmente sustituidos.

50 Preferiblemente, en el caso del radical R¹ se trata de un átomo de hidrógeno o radicales hidrocarbonados con 1 a 20 átomos de carbono, en particular un átomo de hidrógeno.

Ejemplos del radical R² son el átomo de hidrógeno o los ejemplos indicados para el radical R.

55 Preferiblemente, en el caso del radical R² se trata de átomo de hidrógeno o de radicales hidrocarbonados con 1 a 10 átomos de carbono, eventualmente sustituidos con átomos de halógeno, de manera especialmente preferida radicales alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, en particular el radical metilo o etilo.

Ejemplos del radical R³ son radicales metilo, etilo, n-propilo o i-propilo.

60 Preferiblemente, en el caso del radical R³ se trata del radical metilo o etilo, de manera especialmente preferida del radical metilo.

65 Siempre que sea posible, es ventajoso que los radicales R² y R³ sean idénticos, ya que de lo contrario no se puede excluir un intercambio de los grupos alcoxi por los grupos alcoxilano representados en la Fórmula (I). Por lo tanto, los radicales R² y R³ idénticos representan una realización preferida de la invención.

Los radicales Y presentan preferiblemente masas molares medias numéricas M_n de al menos 200 g/mol, de forma

especialmente preferida de al menos 500 g/mol, en particular de al menos 1000 g/mol. Los radicales Y presentan preferiblemente masas molares medias numéricas M_n de a lo sumo 40000 g/mol, en particular de a lo sumo 25000 g/mol, en particular de a lo sumo 20000 g/mol.

5 En el marco de la presente invención, la masa molar media numérica M_n se determina mediante cromatografía de exclusión por tamaño (SEC) frente a un patrón de poliestireno, en THF, a 60 °C, caudal de 1,2 ml/min y detección con RI (detector del índice de refracción) en un conjunto de columnas Styragel HR3-HR4-HR5 de Waters Corp. EE.UU. con un volumen de inyección de 100 μ l.

10 Ejemplos de radical polimérico Y son radicales poliméricos orgánicos, cuya masa molar media numérica asciende a 200 hasta 40000 g/mol y que como cadena polimérica contienen polioxialquilenos, tales como polioxietileno, polioxipropileno, polioxibutileno, polioxitetrametileno, copolímero de polioxietileno-polioxipropieno y copolímero de polioxipropileno-polioxibutileno; polímeros hidrocarbonados, tales como poliisobutileno y copolímeros de poliisobutileno con isopreno; polioroprenos; poliisoprenos; poliuretanos; poliésteres; poliamidas; poliacrilatos; poliimacrilatos; polímeros vinílicos o policarbonatos.

15 Preferiblemente, en el caso del radical polimérico Y se trata de radicales de poliéster, poliéter, poliuretano, polialquileno o poliacrilato, de forma especialmente preferida de radicales de poliuretano, radicales poliéster o radicales de polioxialquileno, en particular de radicales de polioxipropileno, con la condición de que su masa molar media numérica ascienda a 200 hasta 40000 g/mol, de manera especialmente preferida a 6000 hasta 22000 g/mol.

20 La estructura de los polímeros (OHP) a emplear según la invención resulta de los significados posibles así como preferidos para los radicales Y arriba descritos. En el caso de los polímeros (OHP) a emplear se trata preferiblemente de poliuretanos o poliésteres, preferiblemente con una viscosidad de 10 a 1.000.000 mPas, de manera especialmente preferida de 1000 a 300.000 mPas. De manera especialmente preferida se trata de polipropilenglicoles, preferentemente con una viscosidad de 1000 a 40000 mPas.

25 En el marco de la presente invención, la viscosidad se determina después de controlar la temperatura a 23 °C con un viscosímetro rotacional DV 3 P de la compañía A. Paar (Brookfieldsysteme) utilizando un husillo 5 a 2,5 rpm de manera correspondiente a la Norma ISO 2555.

Los polímeros (OHP) empleados según la invención son productos usuales en el comercio o bien pueden prepararse según procedimientos habituales en la química de polímeros.

35 En el caso de los silanos isocianato-funcionales (IS) empleados según la invención se trata preferiblemente de $\text{OCN}(\text{CH}_2)_3\text{-Si}(\text{OCH}_3)_3$, $\text{OCN}(\text{CH}_2)_3\text{-Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$, $\text{OCN}(\text{CH}_2)_3\text{-Si}(\text{OCH}_3)_2\text{CH}_3$, $\text{OCN}(\text{CH}_2)_3\text{-Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2\text{CH}_3$, $\text{OCN}(\text{CH}_2)\text{-Si}(\text{OCH}_3)_3$, $\text{OCN}(\text{CH}_2)\text{-Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$, $\text{OCN}(\text{CH}_2)\text{-Si}(\text{OCH}_3)_2\text{CH}_3$ u $\text{OCN}(\text{CH}_2)\text{-Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2\text{CH}_3$, siendo particularmente preferidos $\text{OCN}(\text{CH}_2)_3\text{-Si}(\text{OCH}_3)_3$ u $\text{OCN}(\text{CH}_2)\text{-Si}(\text{OCH}_3)_2\text{CH}_3$.

40 Los polímeros (IS) empleados según la invención son productos usuales en el comercio o bien pueden prepararse según procedimientos habituales en química.

45 Preferiblemente, el isocianatosilano (IS) se emplea en la 1ª etapa del procedimiento en una cantidad tal que por cada grupo hidroxilo del polímero (OHP) haya al menos 1,10, de manera especialmente preferida al menos 1,15 grupos isocianato en los compuestos (IS).

La 1ª y la 2ª etapa del procedimiento se llevan a cabo preferiblemente en presencia de un catalizador (K). En este caso se pueden emplear todos los catalizadores que se han utilizado hasta ahora para catalizar isocianatos con alcoholes.

50 Ejemplos preferidos para los catalizadores (K) empleados eventualmente según la invención son catalizadores que contienen bismuto tales como carboxilatos de bismuto, tales como (2-etilhexanoato) de bismuto, neodecanoato de bismuto o tetrametilheptandionato de bismuto, catalizadores que contienen, junto a bismuto, también otros metales, en particular catalizadores mixtos de bismuto y zinc, catalizadores que contienen estaño tales como dilaurato de dioctilestaño, óxido de dioctilestaño, bis(acetilacetato) de dioctilestaño, dilaurato de dibutilestaño, óxido de dibutilestaño, bis(acetilacetato) de dibutilestaño, catalizadores que contienen zirconio, tales como acetilacetatos de zirconio, catalizadores que contienen hierro, tales como acetilacetato de hierro, así como también acetilacetatos de otros metales.

55 De manera particularmente preferida, en el caso de los catalizadores (K) eventualmente empleados según la invención se trata de carboxilatos del bismuto, siendo particularmente preferidos (2-etilhexanoato) de bismuto, neodecanoato de bismuto o sus mezclas.

60 Ejemplos de catalizadores (K) adquiribles en el comercio son Borchl® Kat 22, Borchl® Kat VP 0243, Borchl® Kat VP 0244 u OMG 315 (todos de OMG-Borchers), neodecanoato de Bi de las compañías Chemos o American Elements, Reaxis MSA 70 o Reaxis C 719 de la compañía Reaxis, catalizadores BICAT® (The Shepherd Chemical Company, EE.UU.) y K-Kat® K-348 (KING INDUSTRIES, INC., EE.UU.).

- 5 En las etapas 1ª y 2ª del procedimiento según la invención se emplean catalizadores (K) en cantidades de preferiblemente 1 a 1000 ppm en peso, de forma especialmente preferida de 20 a 600 ppm en peso, en particular de 60 a 400 ppm en peso. El dato ppm en peso describe en este caso 1 parte en peso de catalizador (K) por cada 1000000 de partes en peso de la mezcla de reacción. En el caso de que la 1ª y la 2ª etapa del procedimiento se lleven a cabo en presencia de catalizadores (K), estos se añaden preferiblemente durante la 1ª etapa del procedimiento. En el caso de la 2ª etapa del procedimiento no tiene lugar adición renovada alguna de catalizador, ya que el catalizador (K) añadido en la 1ª etapa del procedimiento puede catalizar ambas etapas del procedimiento.
- 10 En el caso de los componentes empleados en el procedimiento según la invención se puede tratar en cada caso de un tipo de un componente de este tipo o de una mezcla de al menos dos tipos de un componente respectivo.
- 15 La 1ª etapa del procedimiento según la invención se lleva a cabo preferiblemente a temperaturas entre 20 °C y 180 °C, de manera particularmente preferida entre 40 °C y 150 °C, en particular entre 50 °C y 120 °C.
- La 2ª etapa del procedimiento según la invención se lleva a cabo preferiblemente a temperaturas entre 20 °C y 160 °C, de manera particularmente preferida entre 30 °C y 130 °C, en particular entre 40 °C y 100 °C.
- 20 Las etapas 1ª y 2ª del procedimiento según la invención se llevan a cabo independientemente una de otra, preferiblemente a una presión de 100 a 2000 hPa, de manera particularmente preferida a 900 a 1100 hPa.
- 25 Preferiblemente, el alcohol (A) de la Fórmula (IV) se emplea en la 2ª etapa del procedimiento en una cantidad que por cada grupo isocianato que queda después de la 1ª etapa del procedimiento haya al menos 1,20, de manera particularmente preferida al menos 1,5, de manera particularmente preferida al menos 1,8 grupos hidroxilo en el alcohol (A).
- 30 En este caso, no es necesario determinar analíticamente el contenido de grupos isocianato antes de la 2ª etapa del procedimiento. Es más fácil calcular la cantidad de grupos isocianato que quedan del exceso de silanos isocianato (IS) funcionales de la Fórmula (III) empleados en la 1ª etapa del procedimiento. Preferiblemente, las cantidades de aplicación del alcohol (A) preferidas, particularmente preferidas y especialmente preferidas arriba mencionadas utilizadas en la segunda etapa del procedimiento se refieren a estas cantidades calculadas de grupos isocianato.
- 35 Preferiblemente, la mezcla de reacción durante la 3ª etapa del procedimiento según la invención se expone en la unidad de evaporador (VD) a una presión de a lo sumo 20 mbar, de manera especialmente preferida de a lo sumo 10 mbar, en particular de a lo sumo 5 mbar.
- Preferiblemente, la mezcla de reacción durante la 3ª etapa del procedimiento según la invención se expone en la unidad de evaporador (VD) a una temperatura de a lo sumo 180 °C, de manera especialmente preferida de a lo sumo 160 °C, en particular de a lo sumo 140 °C.
- 40 Preferiblemente, la 3ª etapa del procedimiento según la invención se lleva a cabo de tal manera que la mezcla de reacción en la unidad de evaporación (VD) presente un tiempo de permanencia medio de a lo sumo 20 minutos, de manera especialmente preferida de a lo sumo 10 minutos, de manera particularmente preferida de a lo sumo 5 minutos.
- 45 Todas las etapas del procedimiento según la invención se llevan a cabo preferentemente en una atmósfera de gas protector, preferentemente argón o nitrógeno.
- 50 Naturalmente, junto a las etapas 1 a 3 del procedimiento según la invención, el procedimiento según la invención también puede presentar otras etapas del procedimiento, que en principio también pueden llevarse a cabo entre las etapas 1 a 3 del procedimiento. Sin embargo, el procedimiento según la invención no presenta preferentemente, a excepción de las etapas 1 a 3 del procedimiento según la invención, otras etapas del procedimiento.
- 55 El procedimiento según la invención se puede llevar a cabo de forma continua, p. ej., llevando a cabo las 1ª y 2ª etapas del procedimiento en uno o varios reactores de tubos o reactores de bucle, en cascadas conectadas en serie de varios reactores con agitador o también en cada caso en un solo reactor con agitador, al que se alimentan continuamente nuevos eductos, mientras que al mismo tiempo se retira continuamente mezcla de reacción. También son imaginables combinaciones de varios tipos de reactores. La 2ª etapa de reacción también puede tener lugar en este caso en un reactor sin agitación o bien en un tanque (intermedio), siempre que previamente se haya realizado la mezcladura a fondo necesaria de todas las materias primas necesarias para esta etapa en una unidad de mezcla adecuada.
- 60 En este caso, en la 1ª etapa de reacción se dosifican de preferencia conjuntamente los compuestos (OHP) e (IS) y, eventualmente, el catalizador (K), y se mezclan antes o en la respectiva unidad de reactor utilizada. La mezcla de reacción obtenida en este caso se añade entonces en la 2ª etapa de reacción también de nuevo el alcohol (A) antes o en la unidad de reactor utilizada en cada caso. Es posible una nueva adición de catalizador (K), pero no se prefiere, porque el catalizador utilizado en la 1ª etapa del procedimiento puede servir para la catálisis de la 2ª etapa del procedimiento.
- 65

5 La 3ª etapa de reacción según la invención se lleva a cabo entonces preferiblemente también de forma continua en la unidad de evaporación (VD). Aquí puede tener sentido que la instalación para la realización del procedimiento según la invención disponga de un tanque de burbujas, desde el cual se dosifica la mezcla de reacción con velocidad constante a la unidad de evaporador (VD) utilizada en cada caso. Por supuesto, también es posible llevar a cabo la 3ª etapa del procedimiento por separado en el tiempo y/o en el espacio de las dos primeras etapas del procedimiento.

10 El procedimiento según la invención también se puede llevar a cabo de forma discontinua, p. ej., en un reactor con agitador, en el que inicialmente en la 1ª etapa del procedimiento se hacen reaccionar los componentes (OHP) e (IS) entre sí, eventualmente en presencia del catalizador (K) y, a continuación, en la 2ª etapa del procedimiento se añade dosificadamente alcohol (A). Es posible una dosificación renovada de un catalizador (K) en la 2ª etapa del procedimiento, pero no se prefiere.

15 Una variante del procedimiento discontinuo según la invención también puede prever la realización de la 1ª etapa del procedimiento en un primer reactor, p. ej., una caldera con agitador, y la realización de la 2ª etapa del procedimiento en un segundo reactor. Al igual que en el caso del procedimiento continuo, este segundo reactor no tiene que ser agitado obligatoriamente si los respectivos eductos fueron bien mezclados previamente en una unidad mezcladora separada. Por lo tanto, un tanque (intermedio) puede servir también aquí como reactor para la segunda etapa de reacción.

20 La 3ª etapa de reacción según la invención se lleva a cabo preferiblemente de forma continua en una unidad de evaporador (VD) también en el caso de una realización discontinua de las dos primeras etapas del procedimiento. En este caso, la dosificación de la mezcla de reacción en la unidad evaporadora (VD) utilizada en cada caso tiene lugar preferiblemente desde un tanque intermedio o de burbujas, preferiblemente a velocidad constante. Por supuesto, también es posible en este caso llevar a cabo la 3ª etapa del procedimiento por separado en el tiempo y/o en el espacio de las dos primeras etapas del procedimiento.

25 En el caso de que la mezcla de reacción obtenida en la 2ª etapa del procedimiento contenga todavía alcohol (A), éste se elimina en gran parte o bien incluso por completo a partir de la mezcla de reacción junto con el carbamatosilano (CS) de la Fórmula (V) en la 3ª etapa del procedimiento. Por lo tanto, la mezcla de reacción según la invención contiene después de la 3ª etapa del procedimiento preferentemente a lo sumo 3 % en peso, de forma especialmente preferida a lo sumo 0,1 % en peso, en particular a lo sumo 0,05 % en peso de alcohol (A), en cada caso referido al peso total de la mezcla de reacción.

30 El catalizador (K), eventualmente empleado, permanece preferiblemente en la mezcla de reacción. Después de la 3ª etapa del procedimiento no tiene lugar tratamiento adicional alguno de la mezcla de reacción.

35 El procedimiento según la invención tiene la ventaja de que es rápido y sencillo de llevar a cabo y que como eductos se pueden emplear materias primas fácilmente disponibles.

40 El procedimiento según la invención tiene la ventaja de que la mezcla de polímeros obtenida está exenta de isocianatosilanos toxicológicos.

45 El procedimiento según la invención tiene la ventaja de que la mezcla de polímeros obtenida está exenta o es muy pobre en carbamatosilanos (CS) monoméricos, que pueden influir en las propiedades mecánicas de los adhesivos, selladores o materiales de revestimiento que se pueden producir a partir de esta mezcla polimérica.

50 Además, el procedimiento según la invención posee la ventaja de que los polímeros reticulables con silano correspondientemente preparados son comparativamente estables al almacenamiento y reaccionan solo muy lentamente con la humedad del aire sin adición de un catalizador de endurecimiento adicional. Esto no sólo facilita su almacenamiento, sino también su posterior procesamiento.

Otra ventaja del procedimiento según la invención es que los polímeros preparados se pueden continuar utilizando directamente, p. ej., en la producción de masas reticulables.

55 Los polímeros terminados en silano preparados según la invención se pueden emplear allí donde se hayan empleado también hasta ahora polímeros terminados en silano.

60 En particular, se adecuan para su uso en masas reticulables, en particular en adhesivos y selladores endurecibles a temperatura ambiente, así como en revestimientos. La producción de revestimientos, adhesivos y selladores reticulantes de silano a partir de los correspondientes polímeros ya se ha descrito muchas veces en la bibliografía, p. ej., en los documentos EP-A 1535940 A (párrafo [0032]-[0054] así como Ejemplos 5-7), WO 13079330 A2 (página 27, línea 10 a página 40, línea 7 así como Ejemplos 3-7, 9, 10), WO 13026654 A1 (página 17, línea 28 a página 37, línea 24 así como Ejemplos 1-9) o WO 11131506 A1 (página 10, línea 9 a página 18, línea 34 así como Ejemplos 1-3). Las formulaciones de endurecimiento por humedad basadas en polímeros terminados en silano descritas en estos documentos, las otras sustancias constitutivas que pasan a emplearse, así como los procedimientos allí descritos para la preparación de

formulaciones correspondientes también se han de incluir en el contenido de divulgación de esta descripción, al igual que las aplicaciones allí descritas para revestimientos, adhesivos y selladores formulados terminados.

5 En los Ejemplos que se describen a continuación, todos los datos sobre la viscosidad se refieren a una temperatura de 20 °C. A menos que se indique lo contrario, los Ejemplos siguientes se llevan a cabo a la presión de la atmósfera circundante, es decir, a aproximadamente 1000 hPa, y a temperatura ambiente, es decir, a aproximadamente 20 °C, o a una temperatura que se ajusta cuando los reaccionantes se combinan a temperatura ambiente sin calentamiento o enfriamiento adicional.

10 **Ejemplo 1a: Preparación de un polipropilenglicol con grupos terminales trimetoxisililpropilo y una masa molar media de 12000 g/mol**

15 En un recipiente de reacción de 500 ml con posibilidades de agitación, enfriamiento y calentamiento adicionales se disponen 400,0 g (33,33 mmol) de un polipropilenglicol terminado en hidroxilo con una masa molar media M_n de 12000 g/mol (disponible comercialmente bajo la denominación Acclaim 12200 de Covestro AG, D-Leverkusen) y se seca durante 2 h a 80 °C y 1 mbar con agitación. A continuación se rompe el vacío con nitrógeno. Toda la reacción siguiente se lleva a cabo bajo una atmósfera de gas protector de nitrógeno.

20 Para llevar a cabo la terminación con silano, al poliéter secado a 80 °C se añaden gota a gota, mediante una pipeta Eppendorf primeramente 16,42 g (80,00 mmol) de isocianatopropil-trimetoxisilano (disponible comercialmente bajo la denominación GENIOSIL® GF40 de Wacker Chemie AG, D-München) y, a continuación, 0,62 g de catalizador Borch 315 (un catalizador que contiene neodecanoato de bismuto de la compañía Borchers). Esto corresponde a un valor de 150 ppm en peso de catalizador, referido al peso total de la mezcla de reacción. Directamente después de añadir el catalizador, se produce un calentamiento de la mezcla de reacción hasta 83-84 °C. Después, la mezcla se agita a una temperatura de 80 °C.

25 Después de 60 min, se enfría a 60 °C y se añaden 0,64 g (20,00 mmol) de metanol. A continuación se agita durante otros 30 min. Luego se toma una muestra de la mezcla de reacción y se examina en busca de residuos de isocianatosilano eventualmente todavía presentes mediante análisis IR. La muestra está libre de isocianatos.

30 Finalmente, la muestra se hace pasar a través de un evaporador de recorrido corto con limpiadores de Teflon y un circuito de enfriamiento interno a una velocidad de dosificación de 160 g/h. El evaporador de recorrido corto tiene un diámetro de 8 cm y una longitud de 26 cm. La temperatura de la pared del evaporador de recorrido corto es de 130 °C y la presión aplicada es de 1 mbar. El producto final se recoge en el drenaje del fondo del evaporador de recorrido corto. El rendimiento es con 411 g casi cuantitativo.

35 **Ejemplo 1b: Preparación de un polipropilenglicol con grupos terminales trimetoxisililpropilo y una masa molar media de 12000 g/mol**

40 Se procede de igual manera que en el Ejemplo 1a, realizándose las siguientes modificaciones:

- Entra la 2ª etapa del procedimiento (reacción con metanol) y la 3ª etapa del procedimiento (película fina) se toma una muestra de 50 g de la mezcla de reacción.
- Durante la siguiente etapa de formación de película fina de la mezcla de reacción restante, el evaporador de recorrido corto se hace funcionar con una temperatura de la pared de 110 °C.

45 **Ejemplo comparativo 1c(V): Preparación de un polipropilenglicol con grupos terminales trimetoxisililpropilo y una masa molar media de 12000 g/mol**

50 Se trata de la muestra de 50 g que se tomó de la mezcla de reacción en el Ejemplo 1b antes de la etapa final de película fina.

55 **Ejemplo comparativo 1d(V): Preparación de un polipropilenglicol con grupos terminales trimetoxisililpropilo y una masa molar media de 12000 g/mol**

Se procede de igual manera que en el Ejemplo 1a, realizándose las siguientes modificaciones:

- En lugar de la etapa final de película fina, se lleva a cabo una destilación discontinua. Para ello, el matraz de reacción en el que se llevaron a cabo las etapas 1 y 2 del procedimiento está provisto de un refrigerador Claisen. Luego se reduce la presión a 1 mbar y la mezcla de reacción se calienta a 130 °C. La destilación al vacío se lleva a cabo durante 1 h con agitación intensiva de la mezcla de reacción y, a continuación, se toma una muestra.
- Después se prosigue con la destilación al vacío durante otra hora y se vuelve a tomar una muestra.

65 **Ejemplo comparativo 1e(V): Preparación de un polipropilenglicol con grupos terminales trimetoxisililpropilo y una masa molar media de 12000 g/mol**

Se procede de igual manera que en el Ejemplo 1d(V), realizándose la siguiente modificación:

- La destilación al vacío se lleva a cabo a una temperatura de 160 °C en lugar de 130 °C.

5 Ejemplo 2: Determinación de propiedades de las mezclas poliméricas obtenidas.

Las viscosidades se determinan utilizando el procedimiento descrito en la descripción.

Los índices de color Hazen se determinan de manera correspondiente a la Norma ISO 6271, Parte 2.

10 El contenido de carbamatosilano (carbamato de N-(3-trimetoxisililpropil)-O-metilo) se determina mediante un procedimiento de espacio de cabeza de GC. Este procedimiento se complica por dos problemas:

1. Dado que el contenido de carbamatosilano es muy bajo y depende fuertemente de la composición de la matriz, no está claro si se puede utilizar una curva de calibración uniforme para todas las muestras.
2. No existe una "muestra cero" para crear una curva de calibración (es decir, una muestra completamente sin carbamatosilano), ya que se forman pequeñas cantidades de carbamatosilano como subproducto durante la primera etapa de síntesis (es decir, la reacción entre el polímero y el isocianatosilano), también sin la adición de metanol.

20 Por lo tanto, se ha acreditado un procedimiento en el que de cada una de las mezclas de polímeros a analizar se toman en cada caso tres muestras de 50 g, de las cuales una permanece sin cambios, otra con un 0,30 % en peso de carbamatosilano y otra con un 0,60 % en peso de carbamatosilano. Si luego se miden estas tres muestras utilizando espacio de cabeza de GC, se obtienen tres ecuaciones con dos incógnitas integrando los respectivos picos de carbamatosilano ($A1 = x \cdot c$; $A2 = x \cdot (c + 0,3)$; $A3 = x \cdot (c + 0,6)$, en donde A1, A2, A3 representan las áreas de pico integradas, x representa el factor de proporcionalidad y c representa la concentración de carbamatosilano buscada). El pico de carbamatosilano es fácil de reconocer, ya que es el único pico que difiere significativamente entre los espectros de GC de las tres muestras.

30 Dado que dos ecuaciones con dos incógnitas ya se pueden resolver matemáticamente, se pueden calcular aquí tres soluciones para la concentración c utilizando las distintas posibilidades de combinaciones. Por supuesto, estos deben conducir, dentro del marco de la precisión de la medición, es decir, con una tolerancia de error del contenido de carbamatosilano de ± 10 % del valor medido respectivo, al mismo resultado. Si este no fuera el caso, se debe repetir la medición.

35 Nota: Dado que la dosificación exacta arriba descrita de cantidades tan pequeñas de carbamatosilano no es fácil en la práctica, también se puede trabajar con una cantidad de dosificación ligeramente diferente. Simplemente es necesario anotar esta desviación e introducir el valor dosificado exacto en la ecuación correspondiente. Es decir, si, por ejemplo, se dosificó accidentalmente un 0,32 % en peso en lugar del 0,30 % en peso previsto, se puede continuar a pesar de ello con la medición. Sin embargo, en el cálculo final, la ecuación correspondiente debe ser entonces $A2 = x \cdot (c + 0,32)$.

40 Para llevar a cabo la medición del espacio de cabeza se pesa una muestra de 0,5 g en un frasquito del espacio de cabeza de 20 ml y se sopla cuidadosamente el frasquito con nitrógeno durante aprox. 30 s antes de cerrarlo. A continuación, el frasquito se calienta a 150 °C durante 30 min, después de lo cual la mezcla de gases que se encuentra por encima de la muestra se conduce directamente a la GC a través de un capilar de transferencia caliente a 170 °C. Se realizan determinaciones por duplicado para todas las muestras. Los siguientes resultados representados en la Tabla 1 se obtienen con las mezclas de polímeros preparadas en los Ejemplos 1a a 1e.

Tabla 1:

Ejemplo	1a	1b	1c (V)	1d (V) 1 h*	1d (V) 2 h*	1e (V) 1 h*	1e (V) 2 h*
Temperatura en la etapa 3 [°C]	130	110	–	130	130	160	160
Viscosidad [Pas]	7,3	7,2	7,1	7,2	7,1	7,3	7,5
Índice de color Hazen	18	17	17	31	42	88	102
Contenido de carbamatosilano [% en peso]	0,011	0,024	0,70	0,68	0,64	0,50	0,41
* Los Ejemplos marcados "1 h" describen la muestra después de un período de destilación de 1 h y los Ejemplos marcados "2 h" describen la muestra después de un período de destilación de 2 h.							

50 Ejemplo 3: Preparación de un polipropilenglicol con grupos terminales trimetoxisililpropileno y una masa molar media de 18000 g/mol

Se procede de igual manera que en el Ejemplo 1b, realizándose las siguientes modificaciones:

- 5
- En lugar de 400,0 g de un polipropilenglicol terminado en hidroxilo con una masa molar media M_n de 12000 g/mol, se emplean 400,0 g (22,22 mmol) de un polipropilenglicol terminado en hidroxilo con una masa molar media M_n de 18000 g/mol (disponible comercialmente bajo la denominación Acclaim 18200 de Covestro AG, D-Leverkusen).
 - En lugar de 16,42 g (80,00 mmol) de isocianatopropil-trimetoxisilano se añaden gota a gota 10,95 g (53,33 mmol) del mismo isocianatosilano.
 - En lugar de 0,64 g (20,00 mmol) de metanol se utilizan solo 0,43 g (13,33 mmol) de metanol.
 - Después de finalizar la 2ª etapa del procedimiento (= reacción con metanol), se toma una muestra de 50 gramos ("muestra 1").
- 10
- La cantidad restante de producto se somete como se describe en el Ejemplo 1b a la 3ª etapa del procedimiento (película fina a 110 °C). El producto obtenido en este caso se denomina "Muestra 2".

Todos los demás parámetros permanecen sin cambios.

Ejemplo 4: Determinación de propiedades de las mezclas poliméricas obtenidas.

- 15
- Las viscosidades, los índices de color Hazen y los contenidos de carbamatosilano (carbamato de N-(3-trimetoxisililpropil)-O-metilo) se determinan de la misma manera que se describe en el Ejemplo 2.

Con las muestras producidas en el Ejemplo 3, se obtienen los siguientes resultados representados en la Tabla 2.

20 **Tabla 2:**

Ejemplo 3	Muestra 1 (comparación)	Muestra 2
Temperatura en la etapa 3 [°C]	-	110
Viscosidad [Pas]	26,3	26,5
Índice de color Hazen	13	13
Contenido de carbamatosilano [% en peso]	0,49	0,039

Ejemplo 5: Preparación de un polipropilenglicol con grupos terminales alfa-metildimetoxisililmetilo y una masa molar media de 12000 g/mol

- 25
- Se procede de igual manera que en el Ejemplo 1a, realizándose las siguientes modificaciones:
- En lugar de 16,42 g (80,00 mmol) de isocianatopropil-trimetoxisilano se emplean 12,90 g (80,00 mmol) de alfa-isocianatometil-metil-dimetoxisilano (adquirible en el comercio bajo la denominación GENIOSIL® XL 42 de Wacker Chemie AG, D-München).
- 30
- Después de finalizar la 2ª etapa del procedimiento (= reacción con metanol), se toma una muestra de 50 gramos ("muestra 1").
 - La cantidad restante de producto se somete como se describe en el Ejemplo 1a a la 3ª etapa del procedimiento (película fina), en la que el evaporador de recorrido corto se hace funcionar con una temperatura de la pared de 90 °C. El producto obtenido en este caso se denomina "Muestra 2".

35

Todos los demás parámetros permanecen sin cambios.

Ejemplo 6: Determinación de propiedades de las mezclas poliméricas obtenidas.

- 40
- Las viscosidades y los índices de color Hazen de las muestras del Ejemplo 5 se determinan de la misma manera que se describe en el Ejemplo 2. La determinación del contenido en carbamato de alfa-N-(metil-dimetoxisililmetil)-O-metilo tiene lugar de manera equivalente a la determinación de carbamatosilanos descrita en el Ejemplo 2. La única diferencia estriba en el hecho de que, por supuesto, se analiza el pico de GC de espacio de cabeza para el carbamatosilano aquí a determinar.

45

Con las muestras producidas en el Ejemplo 5, se obtienen los siguientes resultados representados en la Tabla 3.

Tabla 3:

Ejemplo 5	Muestra 1 (comparación)	Muestra 2
Temperatura en la etapa 3 [°C]	-	90
Viscosidad [Pas]	7,1	7,1
Índice de color Hazen	8	8
Contenido de carbamatosilano [% en peso]	0,59	0,057

Ejemplo 7: Preparación de un polipropilenglicol con grupos terminales alfa-metildimetoxisililmetilo y una masa molar media de 18000 g/mol

Se procede de igual manera que en el Ejemplo 5, realizándose las siguientes modificaciones:

- 5 • En lugar de 400,0 g de un polipropilenglicol terminado en hidroxilo con una masa molar media M_n de 12000 g/mol, se emplean 400,0 g (22,22 mmol) de un polipropilenglicol terminado en hidroxilo con una masa molar media M_n de 18000 g/mol (disponible comercialmente bajo la denominación Aoclaim 18200 de Covestro AG, D-Leverkusen).
- En lugar de 12,90 g (80,00 mmol) de alfa-isocianatometilmetil-dimetoxisilano se añaden gota a gota 8,60 g (53,33 mmol) del mismo isocianatosilano.
- En lugar de 0,64 g (20,00 mmol) de metanol se utilizan solo 0,43 g (13,33 mmol) de metanol.
- 10 • Como en el Ejemplo 5, también aquí, tras finalizar la 2ª etapa del procedimiento (= reacción con metanol), se toma una muestra de 50 gramos ("muestra 1").
- La cantidad restante de producto se somete como se describe en el Ejemplo 1b a la 3ª etapa del procedimiento (película fina a 110 °C). El producto obtenido en este caso se denomina "Muestra 2".

Todos los demás parámetros permanecen sin cambios.

15 **Ejemplo 8: Determinación de propiedades de las mezclas poliméricas obtenidas.**

Las viscosidades, los índices de color Hazen y los contenidos de carbamatosilano (carbamato de alfa-N-(metil-dimetoxisililmetil)-O-metilo) se determinan de la misma manera que se describe en el Ejemplo 2.

20 Con las muestras producidas en el Ejemplo 7, se obtienen los siguientes resultados representados en la Tabla 4.

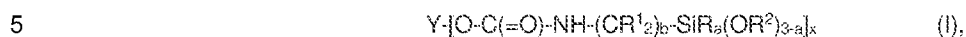
Tabla 4:

Ejemplo 7	Muestra 1 (comparación)	Muestra 2
Temperatura en la etapa 3 [°C]	-	110
Viscosidad [Pas]	26,2	26,2
Índice de color Hazen	9	9
Contenido de carbamatosilano [% en peso]	0,40	0,050

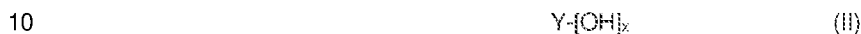
25

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de polímeros terminados en silano (SP) de Fórmula (I)



caracterizado por que
en una 1ª etapa del procedimiento al menos un polímero (OHP) de la Fórmula (II)



se hace reaccionar con al menos un silano isocianato-funcional (IS) de la Fórmula (III)



con la condición de que los silanos isocianato-funcionales (IS) se empleen en tal cantidad que por cada grupo hidroxilo en los compuestos (OHP) existan al menos 1,05 grupos isocianato en los silanos (IS), en donde

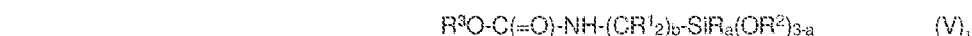
- Y significa un radical de polímero x-valente,
 20 los R pueden ser iguales o diferentes y representan un radical hidrocarbonado monovalente, eventualmente sustituido,
 los R¹ pueden ser iguales o diferentes y representan un átomo de hidrógeno o un radical hidrocarbonado monovalente, eventualmente sustituido,
 los R² pueden ser iguales o diferentes y representan un átomo de hidrógeno o un radical hidrocarbonado monovalente, eventualmente sustituido,
 25 x es un número entero de 1 a 50,
 a puede ser igual o diferente y es 0, 1 o 2, y
 b puede ser igual o diferente y es un número entero de 1 a 10,

30 a continuación en una 2ª etapa del procedimiento, los grupos isocianato de los silanos (IS) que no han reaccionado en la mezcla de reacción obtenida en la 1ª etapa del procedimiento se hacen reaccionar con al menos un alcohol (A) de la Fórmula (IV)



35 en donde

R³ representa un radical hidrocarbonado con 1 a 4 átomos de carbono,
 y, a continuación, en una 3ª etapa del procedimiento, la mezcla de reacción obtenida en la 2ª etapa del procedimiento se conduce a través de una unidad de evaporación (VD), en la que la mezcla de reacción en un espesor de capa de como máximo 5 cm se somete a una presión de a lo sumo 80 mbar y a temperaturas de a lo sumo 200 °C, en la que el carbamatosilano (CS) de Fórmula (V)



45 formado en la 2ª etapa del procedimiento, en la que todas las variables presentan el significado arriba mencionado, se evapora al menos parcialmente y se elimina.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** el contenido de carbamatosilano en la mezcla de reacción obtenida según el procedimiento según la invención asciende a lo sumo a 0,3 % en peso, referido al peso total de la mezcla de reacción.

50 3. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por que** el contenido de carbamatosilano en la mezcla de reacción obtenida según el procedimiento según la invención asciende a lo sumo a 0,1 % en peso, referido al peso total de la mezcla de reacción.

55 4. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** el isocianatosilano (IS) en la 1ª etapa del procedimiento se emplea en una cantidad tal que por cada grupo hidroxilo del polímero (OHP) haya al menos 1,10 grupos isocianato en los compuestos (IS).

60 5. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** la 1ª y la 2ª etapa del procedimiento se llevan a cabo en presencia de un catalizador (K).

65 6. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** la 3ª etapa del procedimiento se lleva a cabo de tal manera que la mezcla de reacción en la unidad de evaporación (VD) presente un tiempo de permanencia medio de a lo sumo 20 minutos.

7. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** la mezcla de reacción durante la 3ª etapa del procedimiento en la unidad de evaporador (VD) se expone a una temperatura de a lo sumo 180° C.

5 8. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado por que** todas las etapas del procedimiento se llevan a cabo en una atmósfera de gas protector.