

Brevet N° **83845**
 du **21 décembre 1981**
 Titre délivré : **- 7 JUL 1982**

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG



Monsieur le Ministre
 de l'Économie et des Classes Moyennes
 Service de la Propriété Intellectuelle
 LUXEMBOURG

Demande de Brevet d'Invention

I. Requête

La société dite : "NATIONAL DISTILLERS AND CHEMICAL CORPORATION"
 99, Park Avenue New York, New York, Etats-Unis d'Amérique,
 représentée par Monsieur Charles Munchen, conseil en brevet (2)
 à Luxembourg, agissant en qualité de mandataire,
 dépose(nt) ce **vingt et un décembre 1980** quatre-vingt-un (3)
 à **15.00** heures, au Ministère de l'Économie et des Classes Moyennes, à Luxembourg :
 1. la présente requête pour l'obtention d'un brevet d'invention concernant :
 "Nouveaux phénoxyalcoxysilanes et leur procédé de préparation" (4)

2. la délégation de pouvoir, datée de **New York**, le **13 novembre 1981**
3. la description en langue **française** de l'invention en deux exemplaires;
4. **11** planches de dessin, en deux exemplaires;
5. la quittance des taxes versées au Bureau de l'Enregistrement à Luxembourg,

le **21 décembre 1981**,
 déclare(nt) en assumant la responsabilité de cette déclaration, que l'(es) inventeur(s) est (sont) :

Messieurs **Harry BRAUS**, 683, Park Avenue, Cincinnati, Ohio, (5)
Anthony BARLOW, 9369, Long Lane, Cincinnati, Ohio,
Melvin Frederick MARINGER, 5612, Sunny Woods Lane, Cincinnati,
 Ohio, **tous les trois** revendique(nt) pour la susdite demande de brevet la priorité d'une (des) demande(s) de
 (6) **brevet d'invention** déposée(s) en (7) **Etats-Unis d'Amérique**
 le **22 décembre 1980** sous le no **219.012** (8)

au nom de **inventeurs** (9)
 élit(élisent) pour lui (elle) et, si désigné, pour son mandataire, à Luxembourg

11a, boulevard Prince-Henri (10)

sollicite(nt) la délivrance d'un brevet d'invention pour l'objet décrit et représenté dans les
 annexes susmentionnées, — avec ajournement de cette délivrance à **six** mois. (11)

Le mandataire *Charles Munchen*

II. Procès-verbal de Dépôt

La susdite demande de brevet d'invention a été déposée au Ministère de l'Économie et des
 Classes Moyennes, Service de la Propriété Intellectuelle à Luxembourg, en date du :

21 décembre 1981

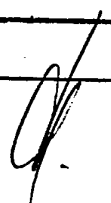
à **15.00** heures



Pr. le Ministre
 de l'Économie et des Classes Moyennes,
 p. *[Signature]*

2.4532

Revendication de la priorité
de(s) la demande(s) correspondante(s)
déposée(s) en Etats-Unis d'Amérique
le 22 décembre 1980
sous le n° 219.012



dg/MP

AFFAIRE 29
3490

B R E V E T D ' I N V E N T I O N

Nouveaux phénoxyalcoxysilanes et
leur procédé de préparation.

Invention : Monsieur BRAUS Harry
Monsieur BARLOW Anthony
Monsieur MARINGER Melvin Frederick

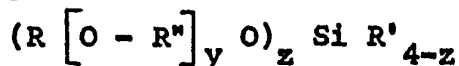
Société dite :
NATIONAL DISTILLERS AND CHEMICAL CORPORATION

Nouveaux phénoxyalcoxysilanes et leur procédé de préparation.

L'invention concerne des silanes monomères. Plus particulièrement, elle concerne les silanes à substituant phénoxyalcoyle. L'invention concerne spécialement des
5 alkyl-tris-(phénoxyalcoxy)-silanes, alcényl-tris-(phénoxyalcoxy)-silanes et tétrakis-(phénoxyalcoxy)-silanes.

Les organosilanes ont trouvé une large application en tant que lubrifiants, fluides hydrauliques, agents d'accrochage dans les compositions polymères à charge
10 minérale, hydrofuges, additifs retardateurs d'arborescence pour isolants électriques polymères, et intermédiaires dans la préparation d'organopolysiloxanes.

Le brevet US 2 559 342 décrit une famille d'hydrocarbyl-alcoxyéthoxysilanes, que l'on prépare en faisant réagir
15 des organochlorosilanes sur des alcoxyéthanolis. Le brevet US 3 814 691 utilise des organosilanes comme constituant fondamental de fluides hydrauliques. Ces silanes répondent à la formule générale :



20 dans laquelle R est un groupe alkyle en C₁ à C₁₀ ou un groupe aryle en C₆ à C₁₀, R' est un groupe alkyle en C₁ à C₄, R'' est un groupe alkylène en C₂ à C₄, y vaut de 1 à 5 et z vaut de 1 à 3. Neuf composés seulement de la formule ci-dessus sont cités explicitement et, de ceux-ci,
25 deux seulement sont des exemples de composés contenant un seul groupe alkylène et, dans les deux cas, il s'agit d'un diméthylsilane. Aucun des silanes décrits dans les brevets US 3 048 499 et 2 851 474 ne contient un groupe aryle, tandis que, dans les silanes du brevet GB 953 421,
30 tous les groupes organiques sont des groupes aryle. Dans le brevet US 4 141 851, la version la plus pertinente de la formule générale large nécessite deux liaisons Si-C et deux liaisons Si-O-C sur l'unique atome de silicium.

Le procédé utilisé dans le brevet US 2 559 342 déjà
35 cité, pour préparer les organosiloxanes décrits, consiste

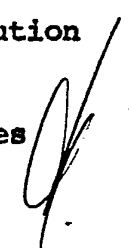


à faire réagir un organochlorosilane sur un 2-alcoxyéthanol au reflux, jusqu'à ce que le dégagement de HCl soit terminé. Selon le brevet US 3 814 691 déjà cité, on prépare les silanes en faisant réagir un alkyl-halogénosilane sur
5 des éthers monoalkyliques ou monoaryliques de polyalkylène-glycol en milieu inerte.

Dans la demande US n° 161 932, en cours d'examen, on décrit l'addition d'organosilanes à des compositions polymères pour assurer une résistance accrue aux phénomènes
10 appelés arborescence électrique et arborescence sous l'action de l'eau, ces compositions étant utiles comme isolant pour câbles électriques.

Des compositions polymères sont bien connues et utilisées de façon étendue comme matières d'isolation pour
15 fils métalliques et câbles. Comme isolant, il est important que la composition ait diverses propriétés physiques et électriques telles que la résistance à l'entaille mécanique, la résistance à la fissuration sous contrainte et le claquage diélectrique. Des publications récentes
20 indiquent que l'arborescence sous l'action de l'eau et l'arborescence électrique dans l'isolant sont des inconvénients particulièrement importants, car ils sont associés au claquage diélectrique, bien qu'ils n'en soient pas nécessairement responsables totalement. On utilise
25 le mot "arborescence" pour désigner ce type de claquage de l'isolant, parce que la zone de détérioration est un espace vide ayant en profil l'apparence d'un arbre, c'est-à-dire la forme d'un tronc d'arbre et de son feuillage supérieur. L'arborescence est habituellement un phénomène
30 qui évolue lentement et peut mettre plusieurs années à causer un claquage de l'isolant.

Une application importante d'une matière isolante concerne les câbles de transmission et de distribution de hautes tensions, spécialement dans le service
35 souterrain en pleine terre. On a observé deux types



d'arborescences dans ces câbles d'énergie, à savoir les arborescences électriques et les arborescences sous l'action de l'eau, qui sont parfois appelées arborescences électrochimiques. On estime généralement que les

5 arborescences électriques sont engendrées par des décharges en couronne causant une fusion et une dégradation du polymère, tandis que les arborescences sous l'action de l'eau s'observent habituellement dans des câbles enterrés dans des endroits humides et ont une apparence différente

10 de celle des arborescences électriques. Des ions métalliques se trouvent habituellement dans les arborescences dues à l'eau.

Le brevet US 4 144 202 vise à inhiber le claquage électrique de l'isolant par arborescence sous l'action de

15 l'eau dans des matières diélectriques à base de polymères d'éthylène. Comme décrit dans ledit brevet, on inhibe l'arborescence sous l'action de l'eau dans les compositions de polymère d'éthylène en utilisant dans celles-ci des composés organosilanes contenant un radical à groupe

20 époxyde. Le DE-OS 2 737 430 indique que certains alcoxy-silanes ajoutés à un isolant de polyoléfine empêchent l'arborescence sous l'action de l'eau. Dans la demande US n° 161 932 précitée, on décrit un certain nombre d'organosilanes utiles comme additifs retardateurs

25 d'arborescence. Ceux qui sont particulièrement préférentiels contiennent au moins un groupe $-OC_2H_4-O-R$, dans lequel R est un groupe alkyle ou aryle. Le vinyl-tris-(2-phénoxy-éthoxy)-silane est indiqué explicitement et cité comme un retardateur utile de l'arborescence sous l'action de

30 l'eau et de l'arborescence électrique pour les isolants polymères.

Selon la présente invention, on propose des compositions de matière qui trouvent une utilité particulière comme additifs retardateurs d'arborescence sous l'action de

35 l'eau et d'arborescence électrique. Deux composés



particulièrement préférentiels des compositions selon l'invention sont le méthyl-tris-(2-phénoxyéthoxy)-silane et le vinyl-tris-(2-phénoxyéthoxy)-silane. Les compositions selon l'invention répondent à la formule générale :

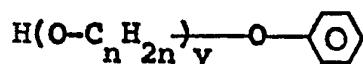
5



dans laquelle R est un groupe alkyle en C₁ à C₅, alcényle en C₁ à C₄ ou $\text{O}-C_n H_{2n})_y O-\text{C}_6\text{H}_5$, y est un nombre entier de 1 à 5 et n un nombre entier de 1 à 4.

L'invention concerne aussi le procédé de préparation de ces compositions de matière. Ce procédé consiste :

(a) à faire réagir ensemble un alcool répondant à la formule :



et un halogénosilane répondant à la formule

15 (alkyle en C₁ à C₅)-SiX₃, lorsque R est un groupe alkyle en C₁ à C₅, à la formule (alcényle en C₂ à C₄)-SiX₃, lorsque R est un groupe alcényle en C₂ à C₄, ou à la formule SiX₄, lorsque R est un groupe $\text{O}-C_n H_{2n})_y O-\text{C}_6\text{H}_5$, X étant un halogène et n et y ayant la même signification

20 que ci-dessus, en présence d'un accepteur d'halogénure d'hydrogène et d'un solvant inerte,

(b) à séparer du mélange réactionnel l'accepteur d'halogénure d'hydrogène contenant de l'halogénure d'hydrogène,

25 (c) à isoler du mélange un composé répondant à la formule générale indiquée plus haut.

L'invention concerne une famille de tris-(phénoxy-alcoxy)-silanes ou de tétrakis-(phénoxyalcoxy)-silanes et leur procédé de préparation. En bref, ces silanes sont 30 définis comme des alkyl-tris-(phénoxyalcoxy)-silanes à groupe alkyle en C₁ à C₅, des alcényl-tris-(phénoxyalcoxy)-silanes à groupe alcényle en C₂ à C₄ ou des tétrakis-(phénoxyalcoxy)-silanes, particulièrement des

tris-(2-phénoxyéthoxy)-silanes. Les phénoxypolyalcoxysilanes rentrent aussi dans l'invention.

Dans la formule générale utilisée ici pour représenter ces silanes, R peut être par exemple un groupe alkyle tel
5 que méthyle, éthyle, propyle, isopropyle, butyle, isobutyle, amyle ou similaire, ou un groupe alcényle, par exemple vinyle, 1-méthyl-vinyle, allyle, butényle-1, 2 ou 3 ou similaire. Etant donné que le chiffre en indice du radical C_nH_{2n} peut varier de 1 à 4, cette partie de la formule
10 peut être constituée par CH_2 , $-CH_2-CH_2-$, $-CH_2-CH(CH_3)-$, $-CH_2-CH_2-CH_2-$, $-CH_2-CH_2-CH(CH_3)-$, ou $-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2-$. Dans les tétrakis-(phénoxyalcoxy)-silanes de l'invention, R est un radical phénoxyalcoxy comme indiqué ci-après. Bien que les deux espèces de silane citées plus haut, le
15 méthyl-tris-(2-phénoxyéthoxy)-silane et le vinyl-tris-(2-phénoxyéthoxy)-silane soient relativement faciles à préparer et soient donc les composés préférentiels, d'autres exemples des compositions de l'invention comprennent l'éthyl-tris-(phénoxyméthoxy)-silane, le vinyl-tris-(3-phé-
20 noxypropoxy)-silane, le propyl-tris-(4-phénoxybutoxy)-silane, le méthyl-tris-(1-méthyl-2-phénoxyéthoxy)-silane, l'allyl-tris-(1-méthyl-3-phénoxypropoxy)-silane, le tétrakis-2(2-phénoxyéthoxy)-silane ou similaire, ainsi que des phénoxypolyalcoxysilanes tels que le vinyl-tris-
25 (phénoxyéthoxyéthoxy)-silane, le vinyl-tris-(phénoxytriéthoxy)-silane ou similaire.

Les silanes de l'invention ont divers usages, par exemple celui d'agents d'accrochage pour compositions polymères à charge minérale, d'additifs retardateurs
30 d'arborescence sous l'action de l'eau et d'arborescence électrique dans les isolants électriques polymères, d'intermédiaires pour la préparation d'organopolysiloxanes et d'autres usages où l'on utilise des silanes similaires.

On peut préparer les silanes selon l'invention en
35 faisant réagir un organotrihalogénosilane ou tétrahalogéno-



silane sur un phénoxyalcanol dont le groupe aliphatique contient 1 à 4 atomes de carbone. A cet effet, on peut réunir les réactifs dans un solvant organique inerte tel que le toluène, le xylène ou similaire, et chauffer le

5 mélange au reflux jusqu'à ce que le dégagement d'halogénure d'hydrogène soit terminé. On peut alors séparer le silane désiré par distillation, par exemple par distillation sous vide. Dans un mode d'exécution particulièrement avantageux, on ajoute au mélange un

10 accepteur d'halogénure d'hydrogène tel que la pyridine, la diméthylaniline ou similaire, pour éliminer l'halogénure d'hydrogène, la température de réaction étant de 0 à 15°C. L'halogénhydrate de pyridine ou la diméthylaniline forme un précipité, que l'on peut éliminer par filtration à

15 l'achèvement de la réaction. De cette manière, on évite un reflux du mélange pendant la réaction. On effectue la récupération du silane par distillation de la façon décrite plus haut.

Conformément à la formule générale des silanes en

20 question, le réactif halogénosilane est un (alkyle en C₁ à C₅)-halogénosilane, un (alcényle en C₂ à C₄)-halogénosilane ou un tétrahalogénosilane. De préférence, l'halogène est le chlore. Le phénoxyalcanol répond à la formule générale :



dans laquelle y et n ont la même signification que dans la formule du silane. Des exemples d'halogénosilanes utiles sont les tétrachlorosilanes, le méthyltrichlorosilane, le méthyltribromosilane, l'éthyltrichlorosilane, le

30 propyltrichlorosilane, le n-butyltrichlorosilane, le n-amyltrichlorosilane, le vinyltrichlorosilane, l'allyltrichlorosilane, le butényltrichlorosilane ou similaires. Des phénoxyalcanols utiles sont le phénoxyméthanol, le 2-phénoxyéthanol, le 3-phénoxypropanol-1, le 4-phénoxy-

35 butanol-1, le 1-méthyl-2-phénoxyéthanol, le 1-méthyl-3-

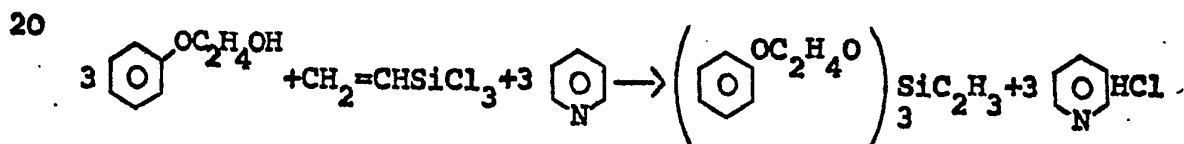
phénoxypropanol-1, le phénoxyéthoxyéthanol, le phénoxy-diéthoxyéthanol ou similaires et leurs mélanges. Certains de ces alcools peuvent aussi être définis comme des éthers phényliques de l'éthylèneglycol, du triméthylèneglycol, du tétraméthylèneglycol, du propylèneglycol et du n-butylèneglycol.

Dans la préparation des silanes préférentiels, le 2-phénoxyéthanol utilisé contient souvent de petites quantités de phénoxyéthoxyéthanol et de phénoxydiéthoxyéthanol, qui aboutissent à un produit contenant de petites quantités des silanes correspondant à ces éthoxyéthanols. L'homme de l'art comprendra que le terme phénoxyalcanol à groupe aliphatique en C₁ à C₄ comprend, tel qu'il est employé ici, des phénoxyalcanols contenant de petites quantités des homologues alcoylés et diéthoxylés.

Les exemples suivants servent à illustrer l'invention.

EXEMPLE 1

On prépare le vinyl-tris-(2-phénoxyéthoxy)-silane par la réaction suivante :



Dans un ballon à fond rond de 1 litre équipé d'un réfrigérant, d'un thermomètre, d'un agitateur mécanique et d'un entonnoir à robinet et protégé de l'humidité atmosphérique, on met 0,6 mole de 2-phénoxyéthanol, 0,65 mole de pyridine sèche et 300 ml de toluène. On refroidit le ballon à 5°C et on ajoute goutte à goutte un mélange de 0,2 mole de vinyltrichlorosilane dans 100 ml de toluène, en maintenant toujours dans le récipient une température inférieure à 15°C. Quand l'addition est terminée, on laisse le ballon prendre la température ambiante et on l'y maintient pendant 4 heures.

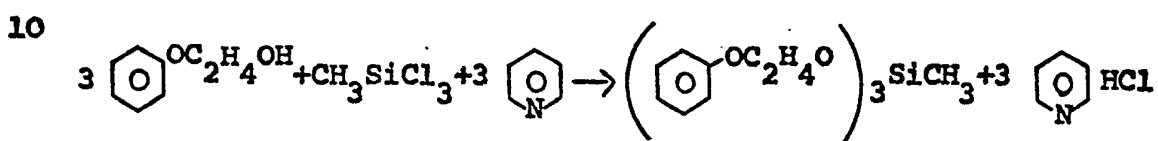
On filtre le précipité de chlorhydrate de pyridine

et on le lave au toluène. On élimine sous vide le toluène contenant le produit, dans un évaporateur rotatif.

On distille le produit résiduel entre 254 et 256°C et à 1,07 mbar. Le rendement est de 82,64 %. On identifie la matière récupérée comme étant le vinyl-tris-(2-phénoxyéthoxy)-silane, par spectroscopie infrarouge.

EXEMPLE 2

On prépare le méthyl-tris-(2-phénoxyéthoxy)-silane par la réaction suivante :



Dans l'appareil décrit à l'exemple 1, on met 0,75 mole de 2-phénoxyéthanol, 0,80 mole de pyridine sèche et 400 ml de toluène sec. On refroidit le ballon à 5°C et, par un entonnoir à robinet, on ajoute lentement un mélange de 0,25 mole de méthyltrichlorosilane dans 100 ml de toluène. On maintient la température en dessous de 10°C pendant toute l'addition. On laisse alors le ballon prendre la température ambiante et on l'y maintient pendant 3 heures.

On élimine de la solution par filtration le précipité blanc de chlorhydrate de pyridine et on élimine le toluène sous vide dans un évaporateur rotatif. On purifie le produit par distillation entre 256 et 258°C et à 1,33 mbar. Le rendement est de 80 %. On identifie la matière récupérée comme étant le méthyl-tris-(2-phénoxyéthoxy)-silane, par spectroscopie infrarouge.

EXEMPLE 3

On évalue les propriétés retardatrices d'arborescence sous l'action de l'eau et d'arborescence électrique que possèdent les silanes préparés dans les exemples 1 et 2, dans une série d'essais accélérés.

Pour préparer les compositions d'échantillon, on broie sur un laminoir à 2 cylindres à environ 149°C pendant environ 10 minutes une qualité commerciale de

polyéthylène et une petite quantité de l'additif anti-arborescence, de manière à obtenir une dispersion homogène. On utilise alors le crêpe obtenu pour préparer des éprouvettes destinées aux essais d'arborescence électrique et

5 d'arborescence sous l'action de l'eau, en utilisant les procédés décrits ci-après. Toutes les compositions comprennent une qualité commerciale de polyéthylène ayant un indice de fusion d'environ 0,20 à 0,35 g/10 mn et une masse volumique d'environ 0,917 g/cm³ et contiennent

10 l'additif anti-arborescence en quantité indiquée au Tableau I, qui donne les résultats des essais. Le témoin ne contient pas d'additif anti-arborescence.

Afin de déterminer l'utilité et l'efficacité des compositions polymères contenant les silanes de l'invention,

15 en ce qui concerne l'inhibition de l'arborescence sous l'action de l'eau et de l'arborescence électrique, on évalue les compositions par des essais accélérés.

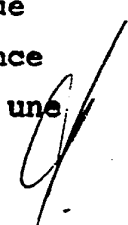
On effectue les essais d'arborescence électrique par une méthode similaire à celle de la norme ASTM 3756.

20 Dans une plaque de 6,35 mm d'épaisseur moulée par compression, on découpe des bandes d'environ 25,4 mm de largeur. On usine le bloc pour obtenir une bande présentant des bords parallèles espacés de 25,4 mm. On coupe alors la bande en blocs carrés de 25,4 mm de côté. On insère

25 une aiguille émoussée et une aiguille aiguë dans des bords parallèles opposés, à des températures élevées, de sorte que les pointes sont espacées de 3,18 mm. On effectue lentement l'insertion des aiguilles et le refroidissement de l'éprouvette pour éviter d'engendrer des contraintes

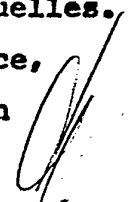
30 thermiques ou mécaniques dans l'éprouvette. L'aiguille aiguë a un diamètre d'environ 5,08 µm au bout, tandis que le diamètre de l'aiguille émoussée est de 50,8 µm. On prépare huit éprouvettes de chaque composition que l'on essaie simultanément. Pour l'essai d'arborescence

35 électrique, on excite l'aiguille aiguë à 15 kV avec une



fréquence de 60 Hz ; l'aiguille émoussée est reliée à la masse. On note le temps nécessaire pour que chacune des éprouvettes se détériore par arborescence et ensuite par court-circuit. Pour caractériser l'efficacité du retardateur
5 d'arborescence étudié, on utilise le temps nécessaire à la détérioration de 50 % des éprouvettes.

On effectue l'essai d'arborescence sous l'action de l'eau par une méthode similaire à celle qui est décrite dans le brevet US 4 144 202 déjà cité. On prépare pour
10 chaque composition un disque moulé par compression d'environ 150 mm de diamètre, présentant 10 dépressions coniques. La géométrie du disque et les dimensions des dépressions sont pratiquement celles qui sont indiquées dans le brevet US 4 144 202 déjà cité. Sur la base du
15 disque, on pulvérise une peinture à l'argent qui sert d'électrode de masse. On serre un tube en résine acrylique de 152 mm de longueur sur la face supérieure pour former une cellule d'essai. On verse dans la cellule environ 150 ml de solution de chlorure de sodium à 0,01 mol/l
20 et on élimine les bulles d'air retenues à la surface de l'éprouvette. On plonge alors dans l'électrolyte un anneau de fil de platine et on le relie à une source électrique fournissant 5 kV à une fréquence de 3 kHz. On excite les éprouvettes pendant 22 heures et, au bout de
25 ce temps, on les retire de la cellule d'essai et on les lave à l'eau distillée. On découpe du disque les dix dépressions et on les colore pour rendre plus visibles les arborescences dues à l'eau. On forme des sections minces avec un microtome, on les examine au microscope
30 (à 200 X) et on mesure la grandeur des arborescences. Normalement, on confectionne quatre disques pour chaque éprouvette, de sorte que la grandeur moyenne des arborescences est calculée d'après 40 mesures individuelles. Lorsqu'on évalue différents retardateurs d'arborescence,
35 on détermine la grandeur relative des arborescences en



comparant la grandeur moyenne obtenue sur une matière isolante thermoplastique usuelle pour hautes tensions ne contenant pas d'additifs retardateurs d'arborescence.

Toutes les parties et tous les pourcentages sont en
5 poids sauf indication contraire.

Les résultats des essais d'arborescence électrique et d'arborescence sous l'action de l'eau sont indiqués au Tableau I.

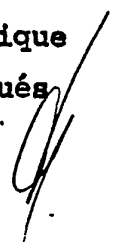
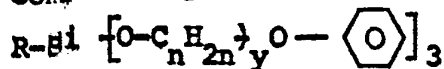


TABLEAU I

Additif anti-arborescence	Quantité d'additif, %	Essai aux deux aiguilles, temps avant détérioration à 50 %, mn	Essai d'arborescence sous l'action de l'eau (grandeur relative des arborescences)
Témoin (sans additif)	-	75	1,00
Vinyl-tris-(2-phénoxy- éthoxy)-silane	1,5	6000	0,22
Méthyl-tris-(2-phénoxy- éthoxy)-silane	1,0	300	0,27

REVENDICATIONS

1.- Composé répondant à la formule :



5 dans laquelle R est un groupe alkyle en C₁ à C₅, un groupe alcényle en C₂ à C₄ ou un groupe $\left(O-C_n H_{2n} \right)_y O-C_6H_5$, y est un nombre entier de 1 à 5 et n un nombre entier de 1 à 4.

2.- Composé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que R est un groupe méthyle ou éthyle, que 10 y vaut 1 et que n vaut 2 ou 3.

3.- Composé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que R est un groupe vinyle, que y vaut 1 et que n vaut 2 ou 3.

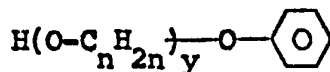
4.- Composé selon la revendication 1, caractérisé 15 par le fait que R est un groupe méthyle, que y vaut 1 et que n vaut 3.

5.- Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que R est un groupe $\left(O-C_n H_{2n} \right)_y O-C_6H_5$, que y vaut 1 et que n vaut 2.

20 6.- Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que R est un groupe vinyle, que y vaut 2 ou 3 et que n vaut 2.

7.- Procédé de préparation de composés selon la revendication 1, caractérisé par le fait qu'il consiste :

25 (a) à faire réagir ensemble un alcool répondant à la formule :



et un halosilane répondant à la formule

(alkyle en C₁ à C₅)-SiX₃, lorsque R est un groupe alkyle en C₁ à C₅, à la formule (alcényle en C₂ à C₄)-SiX₃, 30 lorsque R est un groupe alcényle en C₂ à C₄, ou à la

formule SiX₃, lorsque R est un groupe $\left(O-C_n H_{2n} \right)_y O-C_6H_5$

X étant un halogène, et y étant un nombre entier de 1 à 5 et n un nombre entier de 1 à 4, en présence d'un accepteur

35 d'halogène, d'hydrogène et d'un solvant inerte,

(b) à séparer du mélange réactionnel l'accepteur d'halogénure d'hydrogène contenant de l'halogénure d'hydrogène,

(c) à isoler du mélange un composé répondant à la
5 formule générale indiquée plus haut.

8.- Procédé selon la revendication 7, caractérisé par le fait que R est un groupe méthyle, que y vaut 1, que n vaut 2 et que X est un atome de chlore.

9.- Procédé selon la revendication 7, caractérisé
10 par le fait que R est un groupe vinyle, que y vaut 1 ou 2, que n vaut 2 et que X est un atome de chlore.

10.- Procédé selon l'une des revendications 7 à 9, caractérisé par le fait que l'accepteur d'halogénure d'hydrogène est la pyridine ou la diméthylaniline.

Dessins : 1 planches
16 pages dont 1 page de garde
12 pages de description
2 pages de revendications
1 abrégé descriptif

Luxembourg, le 21 DEC. 1961

Le mandataire :

Charles Munchen
Charles Munchen

A B R E G E

Nouveaux phénoxyalcoxysilanes et
leur procédé de préparation.

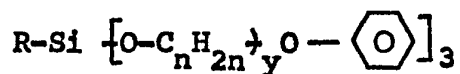
Invention : Monsieur BRAUS Harry
Monsieur BARLOW Anthony
Monsieur MARINGER Malvin Frederick

Société dite :

NATIONAL DISTILLERS AND CHEMICAL CORPORATION

CONVENTION INTERNATIONALE : Demande de brevet déposée aux
Etats Unis d'Amérique, le
22 Décembre 1980, n° 219 012,
aux noms des inventeurs.

L'invention concerne des composés répondant à
la formule :



5 dans laquelle R est un groupe alkyle en C₁ à C₅, un
groupe alcényle en C₂ à C₄ ou un groupe $\text{---} O-C_n H_{2n} \text{---} O-\text{C}_6\text{H}_5$,
y est un nombre entier de 1 à 5 et n un nombre entier
de 1 à 4.

10 Ces composés peuvent être utilisés comme
additifs retardateurs d'arborescence pour isolants
électriques polymères.

