



# **Industria y Comercio**

**SUPERINTENDENCIA**

Delegatura de Propiedad Industrial

División de Nuevas Creaciones

**PCT**  
SOLICITUD

## **PATENTE DE INVENCION**

21. EXPEDIENTE No.

**05-99266**

54. TITULO

PROCESO PARA LA FABRICACION DE MERCAPTOSILANOS BLOQUEADOS

51. CLASIFICACION INTERNACIONAL

C08G

AGIK 31/095  
AGIK 33/00

71. SOLICITANTE

GENERAL ELECTRIC COMPANY

DOMICILIO

Schenectady, Estado de New York, E.U.A.

74. APODERADO

LUIS FELIPE CASTILLO-GIBSONE

22. BOGOTA, D.C.,

30 SEP 2006



# PETITORIO



**SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO**  
 Radicación : 05093266 00000000 Folios: 21  
 Fecha (AND): 2005-09-30 15:40:17  
 Trámite : 011 PCT-PATENT 379 FASE NACI 411 PRESENTAC  
 Dependencia: 2020 DIVISION DE MARCAS Y DISEÑOS

## FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE PCT ENTRADA EN FASE NACIONAL

03-10-05

|                                                                                             |                                                                                 |                                                        |                                                                      |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|
| 1                                                                                           |                                                                                 | SOLICITUD DE:                                          |                                                                      |
| <input checked="" type="checkbox"/> Patente de Invención                                    |                                                                                 | <input type="checkbox"/> Patente de Modelo de Utilidad |                                                                      |
| <input checked="" type="checkbox"/> Capítulo I                                              |                                                                                 | <input type="checkbox"/> Capítulo II                   |                                                                      |
| 2                                                                                           | Nombre: GENERAL ELECTRIC COMPANY                                                |                                                        | IDENTIFICACIÓN                                                       |
| SOLICITANTE<br>(71)                                                                         | Dirección: 1 River Road, Building 37                                            |                                                        | C C <input type="checkbox"/> NIT <input type="checkbox"/>            |
|                                                                                             | Nacionalidad o domicilio: Schenectady, Estado de New York, E.U.A.               |                                                        | C E <input type="checkbox"/> Otro <input type="checkbox"/>           |
|                                                                                             | Lugar de Constitución: Estado de New York                                       |                                                        | Cual _____<br>Número _____                                           |
| 3                                                                                           | Nombre: LUIS FELIPE CASTILLO GIBSON                                             |                                                        | IDENTIFICACIÓN                                                       |
| REPRESENTANTE<br>O APODERADO                                                                | Dirección: Carrera 13 No 37-43 Piso 12                                          |                                                        | C.C <input checked="" type="checkbox"/> NIT <input type="checkbox"/> |
|                                                                                             | Teléfono: 285 74 60 Fax: 285 92 67                                              |                                                        | C E <input type="checkbox"/> OTRO <input type="checkbox"/>           |
|                                                                                             | E-mail: info@castillograu.com                                                   |                                                        | Cual _____<br>Número: 79.397.879 de TP 68 995 del Bogotá C.S.J.      |
| 4                                                                                           | Nombre: Mark D WESTMEYER - Russell BURTON - Tiberiu L SIMANDAN                  |                                                        |                                                                      |
| INVENTOR(ES)<br>(72)                                                                        | Dirección: 107 Cornerstone Drive - 617 1/2 8th Street - 105 Summerset Drive     |                                                        |                                                                      |
|                                                                                             | Nacionalidad o Domicilio: Manetta, Ohio - Manetta, Ohio - Manetta, Ohio (E U A) |                                                        |                                                                      |
| 5 PCT (88)                                                                                  |                                                                                 |                                                        |                                                                      |
| Solicitud Internacional No                                                                  |                                                                                 | PCT/US2004/006422                                      |                                                                      |
| Fecha                                                                                       |                                                                                 | 03/03/04                                               |                                                                      |
| Publicación Internacional No                                                                |                                                                                 | WO 2004/078813 A2                                      |                                                                      |
| Fecha                                                                                       |                                                                                 | 16/09/04                                               |                                                                      |
| 6 Título (54) PROCESO PARA LA FABRICACION DE MERCAPTOSILANOS BLOQUEADOS                     |                                                                                 |                                                        |                                                                      |
| 7 Clasificación Internacional (51) C08G 07F 7/18                                            |                                                                                 |                                                        |                                                                      |
| 8                                                                                           | Prioridad                                                                       | (33) País de origen                                    | (32) Fecha                                                           |
| Si <input checked="" type="checkbox"/> No <input type="checkbox"/>                          |                                                                                 | E U A                                                  | 03.03 2003                                                           |
|                                                                                             |                                                                                 |                                                        |                                                                      |
|                                                                                             |                                                                                 | (31) Número de Solicitud                               |                                                                      |
|                                                                                             |                                                                                 | 10/378,184                                             |                                                                      |
| 9 Comprobante de pago N° 75329 Fecha                                                        |                                                                                 |                                                        |                                                                      |
| Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página. |                                                                                 |                                                        |                                                                      |

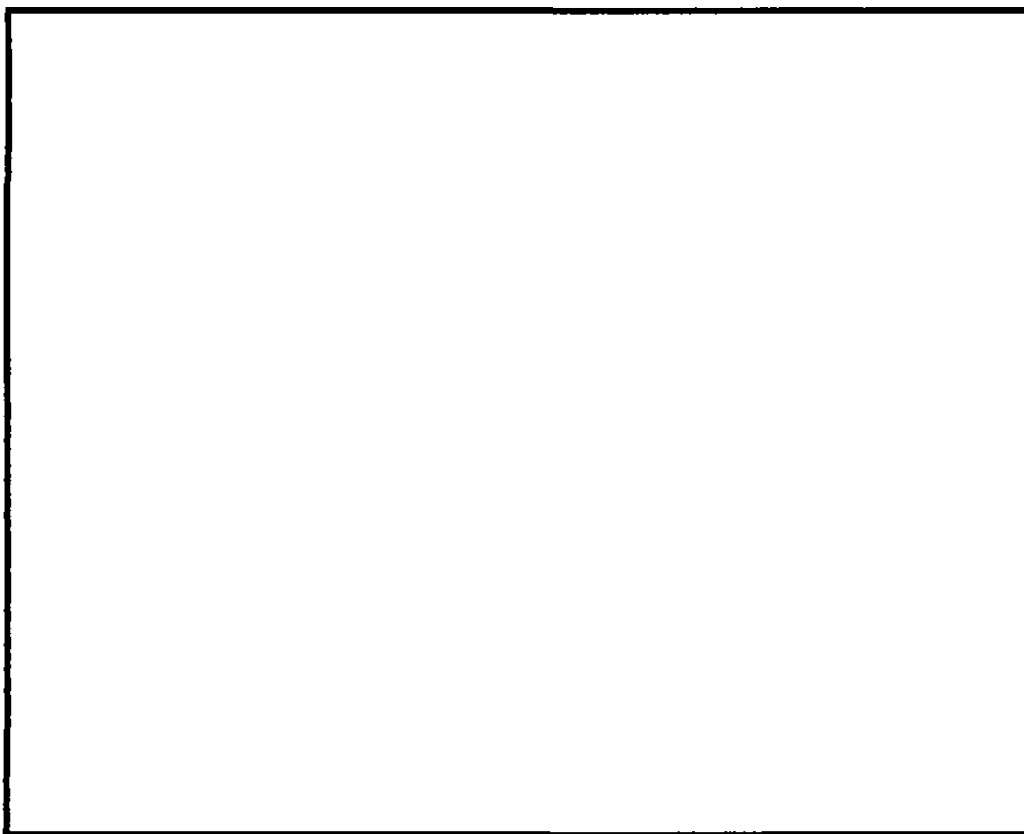
10

## ANEXOS

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud
- ☐ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica
- ☒ Poderes, si fuere el caso
- ☒ Certificado de existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica
- ☐ Documento de Cesión del inventor al solicitante o a su acusante
- ☐ Declaraciones
- ☐ Copia de la solicitud Internacional (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☐ Copia del examen preliminar efectuado por la IPEA
- ☐ Traducción del examen preliminar efectuado por la IPEA
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito de material biológico
- ☐ Arte final 12 x 12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☐ Otros

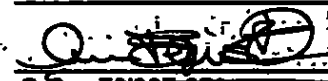
11

## FIGURA CARACTERISTICA



12

Solicito la concesión de patente,

NOMBRE: LUIS FELIPE CASTILLO GIBSONEFIRMA: C.C. 78.387.379  
de BogotáT.P. 68.995  
del C.S.J.

Instrucciones para la presentación de los anexos, ver reverso de esta página

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

3

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO  
Radscacion : 05059266 00000000 Folios: 21  
Fecha (AMD): 2005-09-30 10:40:17  
Tramite : 011 PCT-PATENT 379 FASE NACI 411 PRESENTAC  
Dependencia: PAGO DIVISION DE MARCAS Y PATENTES

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 05 - 75,327  
FECHA : SEPTIEMBRE 29 DE 2005

\*\*\*\*\* CONSIGNACION \*\*\*\*\*

| DEPOSITANTE               | TIPO PAGO    | BANCO         | CUENTA      | No. PAGO | FECHA PAGO | Vr. PAGO     |
|---------------------------|--------------|---------------|-------------|----------|------------|--------------|
| CASTILLO GRAU Y ASOCIADOS | CONSIGNACION | BANCO POPULAR | 050-00110-6 | 41934052 | 29/09/2005 | 2,027,000.00 |

\*\*\*\*\* CONCEPTO \*\*\*\*\*

| CANT. | RENTISTICO              | CONCEPTO                            | TOTAL CONCEPTO |
|-------|-------------------------|-------------------------------------|----------------|
| 1     | 50005-01-01 SOLICITUDES | 1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN | 443,000.00     |
|       |                         | TOTAL :                             | \$ 443,000.00  |

SON: CUATROCIENTOS CUARENTA Y TRES MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. \_\_\_\_\_

4

# APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1 Country: The United States of America

## THIS PUBLIC DOCUMENT

2 has been signed by DOLORES K. TILLSON

3. acting in the capacity of NOTARY PUBLIC

4 in the State of Connecticut for the term of July 17, 2001 to June 30, 2006

## CERTIFIED

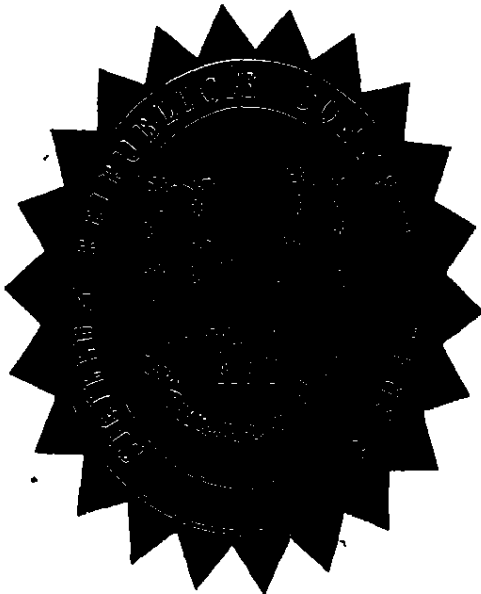
5 at Hartford, Connecticut

6. on March 28, 2005

7. by SUSAN BYSIEWICZ Secretary of the State of Connecticut

8. Number . 2005-3513

9. Seal :



Como Notario Veintiseis del Circuito de Bogotá, hago constar que esta copia coincide con original que se ha presentado Bogotá D C - Colombia

27 SET 2005

GUSTAVO SAMPER RODRIGUEZ  
NOTARIO VEINTISEIS

10. Signature

Secretary of the State

Castillo Grau & Associates

Law Offices  
P.O. Box 251473  
Bogotá, Colombia

FOR PATENTS AND TRADEMARKS IN

COLOMBIA

PODER GENERAL

(1) GENERAL ELECTRIC COMPANY

domiciliado en (2) 1 River Road, Building 37, 5th Floor, Schenectady, Estado de New York, E.U.A

nombra al Dr Germán Castillo Grau y/o Adriana Castillo Gibsone y/o Luis Felipe Castillo Gibsone

con oficinas en la Carrera 13 No. 37-43, Piso 12 en Bogotá, D.C., Colombia como sus representantes con poder especial amplio y suficiente, para recabar de las oficinas y autoridades Colombianas, administrativas, judiciales o de policía, en primera o segunda instancia, la Obtención de Patentes de Invención, Registro de Marcas, de Diseños Industriales, de Nombres y Enseñas Comerciales, lo mismo que traspasos, extensiones, renovaciones, cambios de nombre y domicilio, registro de licencias de explotación y registro de licencias de uso referentes a tales actuaciones, a cuyo efecto les faculta para dar ante dichas autoridades todos los pasos necesarios al objeto indicado, elevar solicitudes, formular descripciones, enmiendas, protestas, declaraciones, apelaciones y reclamos, solicitar la aplicación de medidas cautelares, aceptar en nuestro nombre y representación la Cesión de derechos de invención y de patente de invención que se nos haga por cualquier persona, abonar todos los impuestos cuotas y pagos determinados por la ley, recibir todos los documentos y valores dando el descargo respectivo, llenar cualesquiera otros requisitos, desistir, y tomar en fin todas las medidas que creyeren conducentes al resguardo de nuestros intereses y en caso de presentarse oposiciones para que intervengan como demandantes o como demandados, con todas las demás facultades legales necesarias Este poder comprende además las facultades de recibir, desistir, transigir, comprometer, sustituir, revocar sustituciones, recibir notificaciones y nombrar apoderados judiciales o extra-judiciales

Dado y firmado en (4)

Firma/Signature

Michael Gribus

Patent Counsel, Legal Representative

GENERAL POWER OF ATTORNEY

(1) GENERAL ELECTRIC COMPANY

domiciled in (2) 1 River Road, Building 37, 5th Floor, Schenectady, New York, U.S A

hereby appoint Dr Germán Castillo Grau and/or Adriana Castillo-Gibsone and/or Luis Felipe Castillo-Gibsone

with offices at Carrera 13 No 37-43, 12<sup>th</sup> Floor in Bogotá, Colombia as our representatives with special ample and sufficient power to obtain from the offices and Colombian authorities, administrative, judicial and police, in first or in second instance, Patents of Invention, registration of Trade or Service Marks, Industrial Designs, of Commercial Names and Ensigns, as well as assignments, extensions, renewals, changes of names and addresses, registration of licences of exploitation and licences of use referring to said actions who are empowered to take before said authorities all of the necessary steps for the purposes indicated, to file applications, to formulate descriptions, corrections, protests, declarations, appeals and claims, apply for precautionary measures, to accept on our behalf and representation the assignment of rights on invention and titles of invention that may be given to us by any person, to pay all taxes, quotas and payments prescribed by law, to receive all the documents and proceeds giving the respective acquiescence or receipt, to fulfill any other requisites to desist and take in fact any other measures that may be deemed conducive to the safeguard of our interests, and in case oppositions are presented to intervene as plaintiff or defendant, with all necessary legal faculties This power includes the faculties to receive, desist, compromise, transact, substitute it in all or in part, to revoke substitutions, to receive notifications and to appoint judicial or extra-judicial attorneys.

Given and signed in 27 SET 2005

Fairfield, Connecticut U.S.A  
March 22, 2005

Como Notario Verificador del Circuito de Bogotá, hago constar que esta copia coincide con original que se ha presentado Bogotá D.C. - Colombia

27 SET 2005

JOUSTAVO SAMPER RODRIGUEZ  
NOTARIO VERIFICADOR

Henry J. Polonski  
Associate General Patent Counsel

**DECLARACION NOTARIAL**  
(Individual)

A los .....días del mes de .....de 2004  
compareció personalmente ante mí, Notario  
Público el/la señor(a).....

A quien(es) doy fé de conocer y me consta que  
es(son) la(s) persona(s) descrita(s) y firmante(s)  
del documento que precede, declarando ante mí  
que otorga(n) el mismo para los fines y  
propósitos que en él se expresan.

**El Notario Público**

.....  
(Sociedades)

El infrascrito Notario certifica: que la firma que  
antecede y dice .. ...

.....  
es auténtica; que el signatario desempeña el  
cargo de

.....  
de **GENERAL ELECTRIC COMPANY**

que tiene facultad para otorgar este poder; y que  
dicha compañía está domiciliada en  
Schenectady, Estado de New York, E U A.

y actualmente existe y está organizada de  
acuerdo a las leyes de

.....  
Todos los hechos anteriores le constan por  
haber examinado los documentos respectivos y  
de todo ello da fe

Dado y firmado en .....

Como Notario Velante del Circulo de  
Bogotá, hago constar que esta copia  
coincide con original que se ha presentado  
Bogotá D C - Colombia

**27 SET 2005**

**GUSTAVO SAMPER RODRIGUEZ**

**El Notario Público NOTARIO VEINTISEIS**

(Con Apostilla)

**NOTARIAL CERTIFICATE**  
(Individuals)

On this 22 day of March of 2005  
personally appeared before me, a Notary Public,

MICHAEL M. GNIBUS  
to me known, and known to me be the person(s)  
described in and who executed the foregoing  
document, and he(they) duly acknowledged to  
me that he(they) executed same for the uses  
and purposes therein expressed.

**Notary Public**

*Dolores K. Tillson*

**DOLORES K. TILLSON**  
**Notary Public**

My Commission Exp. June 30, 2006

(Corporations)

The undersigned Notary Public certifies that

The preceding signature reading .....

MICHAEL M. GNIBUS  
is authentic, that the signor at present fills the

post of

PATENT COUNSEL; LEGAL REPRESENTATIVE

of **GENERAL ELECTRIC COMPANY**

and that he/she is empowered to grant this  
power, and that said company is domiciled in  
Schenectady, New York, U.S.A.

and actually exists and is organized in NEW YORK  
accordance with the laws of NEW YORK

All the foregoing facts are known to the Notary  
due to his/her having examined the respective  
documents to which he/she, the Notary, attests

Granted 22 MARCH 2005 and HE signed  
in FAIRFIELD, CT, USA

*Dolores K. Tillson*

**Notary Public**

(With Apostille)  
**DOLORES K. TILLSON**  
**Notary Public**

My Commission Exp. June 30, 2006

# PROCESO PARA LA FABRICACIÓN DE MERCAPTOSILANOS BLOQUEADOS

## ANTECEDENTES

### 1. Campo De la Invención

La invención se refiere a un proceso para la preparación de un mercaptosilano bloqueado, de una sal metálica de un compuesto organosilicio que contiene polisulfano y un halogenuro de acilo o dihalogenuro de carbonilo, en donde la sal metálica del compuesto organosilicio que contiene polisulfano es formada por la reacción de un organosilicio que contiene polisulfano y un metal alcalino, metal térreo alcalino o una base fuerte derivada de metal álcali o metal térreo alcalino. La invención también se refiere al uso de dicho mercaptosilano bloqueado como agente de acoplamiento en mezclas de caucho

### 2 Descripción de la Técnica Asociada

Los compuestos de organosilicio que contiene azufre son útiles como componentes esenciales en la producción de llantas rellenas con sílice. Una llanta rellena con sílice ofrece un rendimiento mejorado en aplicaciones para automóviles, específicamente, resistencia a abrasión mejorada, resistencia a enrollamiento y propiedades contra deslizamiento en húmedo. Existe una amplia gama de compuestos de organosilicio que contienen azufre usados como agentes de acoplamiento en llantas rellenas con sílice. Los compuestos de organosilicio que contienen mercapto proveen acoplamiento superior a carga reducida, sin embargo, su reactividad química con polímeros orgánicos resulta en viscosidades inaceptablemente altas durante el procesamiento y curación prematura. Los mercaptosilanos han demostrado que mantienen los beneficios de los compuestos organosilicio que contienen mercapto sin exhibir los problemas antes mencionados. Los compuestos organosilicio bloqueados que contienen mercapto, en particular, compuestos tiocarboxílicos que contienen silicona pueden prepararse reaccionando un compuesto de silicona que contengan mercapto con un halogenuro ácido. El subproducto de esta reacción, cloruro de hidrógeno, reacciona con el compuesto organosilicio degradando el producto deseado y generando clorosilanos. Estas reacciones con cloruro de hidrógeno son muy rápidas y no pueden prevenirse por medios mecánicos convencionales, como por ejemplo, temperatura o presión, debido a la alta solubilidad del cloruro de hidrógeno en el producto. La neutralización de los clorosilanos arriba mencionados puede hacerse usando una base como alcóxido sódico u óxido de

- propileno, pero la degradación del producto y/o una mezcla no deseable se obtiene haciendo no deseable este enfoque.

Otro proceso usado anteriormente, es neutralizar el cloruro de hidrógeno, *in situ*, usando un receptor ácido, como una amina terciaria, ver Solicitud de Patente Provisional U.S. No. 60/423,577, radicada el 4 de noviembre de 2002; pero esto requiere una cantidad estequiométrica de la amina que reduce el producto lote y produce una gran cantidad de sal no deseable que posteriormente debe removerse; ver Patente U.S. No. 6,229,036. Como es sabido, las sales de amina terciaria son difíciles de remover debido a su solubilidad y los métodos de filtración convencional son mecánicamente intensivos y con frecuencia llevan a producciones deficientes. Además, el procesamiento de la torta de filtro agrega costos adicionales, como el de disponer de la amina terciaria y la sal de cloruro de hidrógeno en sí, lo cual plantea considerables problemas ambientales.

Tal como se ha demostrado, la reacción de una sal metálica de un compuesto organosilicio que contenga mercapto y un halogenuro ácido genera el mercaptosilano bloqueado deseado y una sal de halogenuro metálica, ver Patente No. 6,414,061, cuyo contenido se incorpora en este contexto por referencia; pero además de las dificultades ya mencionadas, los compuestos organosilicio que contienen mercapto son costosos haciendo prohibitivo su uso difundido. Por lo tanto, existe un interés en desarrollar un mercaptosilano bloqueado usando un proceso que no sea costoso y que no provea los problemas químicos y ambientales que se mencionan arriba. Existe una serie de métodos conocidos para separar un enlace azufre-azufre, como el uso de bases como aminas, fosfinas, cianuros metálicos, hidruros metálicos y metales alcali; sin embargo, las fosfinas y los hidruros metálicos son costosos y los cianuros metálicos presentan una serie de problemas de seguridad.

## RESUMEN DE LA INVENCION

Los compuestos de silicio que contienen polisulfano son económicos y ampliamente disponibles, además de la capacidad de acceso a los mismos, el subproducto de haluro metálico no reacciona con el producto mercaptosilano bloqueado ni los compuestos de sílice que contienen polisulfano tienen los problemas ambientales de una sal halogenuro amina terciaria. Los metales alcalinos son seguros y económicos. La reacción de un metal alcalino con un compuesto de organosilicio que contenga polisulfano para generar la sal metálica del compuesto de organosilicio que contenga polisulfano, produce el aceptor ácido

deseado, *in situ*, el cual puede usarse para producir el compuesto mercaptosilano bloqueado deseado y una sal halogenuro metálica.

B Cf

Adicionalmente, el uso de un lavado acuoso del producto minimiza los costos antes mencionados y las dificultades en remover la sal metálica. La remoción de la sal halogenuro metálica por medio de filtración o por uso de un sistema centrífugo requiere intensas operaciones de unidad mecánica e inversión de capital, mientras que un lavado acuoso no requiere ninguno sino que resulta en un sistema de dos fases, donde una fase contiene el mercaptosilano bloqueado y la segunda contiene una solución acuosa del haluro metálico. El primer peligro con este método es la posibilidad de hidrólisis del mercaptosilano y para los silanos organofuncionales. Sin embargo, con la presencia del halogenuro metálico se aumenta la naturaleza iónica de la fase acuosa y con ello, minimiza cualquier reacción de hidrólisis, ver Patente U.S No. 6,294,683

Un objeto de la invención es proveer un proceso para preparar un mercaptosilano bloqueado para uso como agente de acoplamiento, dicho proceso minimiza la producción de subproductos que reaccionan con el mercaptosilano bloqueado, no requiere neutralización ni filtrado y es accesible comercialmente.

Manteniendo éste y otros objetos de la invención, se provee un proceso para la fabricación de un mercaptosilano bloqueado, que comprende:

(a) hacer reaccionar al menos un compuesto organosilicio que contenga polisulfano de la siguiente fórmula general



en donde cada  $R^1$  es independientemente metoxi, etoxi o alquilo entre 1 y 6 átomos de carbono, siempre y cuando que al menos un grupo  $R^1$  sea metoxi o etoxi, G es un grupo alquilenos de entre 1 y 12 átomos de carbono y n es de entre 2 y 8, con al menos un metal alcalino, metal térreo alcalino o un derivado básico de un metal alcalino o metal térreo alcalino para proveer la correspondiente sal metálica del compuesto organosilicio que contiene polisulfano, y;

(b) hacer reaccionar la sal metálica del compuesto organosilicio que contiene polisulfano con un halogenuro de acilo o dihalogenuro de carbonilo para proveer un mercaptosilano bloqueado.

Al contrario del proceso que se describe en la Patente U.S. No 6,414,061 antes mencionada, el proceso de esta invención hace posible producir un mercaptosilano de compuestos organosilicio que contengan polisulfano fácilmente

- disponibles. Esto resulta en un mercaptosilano bloqueado de alta pureza que no requiere neutralización o filtrado para remover el subproducto halogenuro metálico que se forma por la reacción de la sal metálica del compuesto organosilicio que contiene polisulfano con el halogenuro de acilo o dihalogenuro carbonilo.

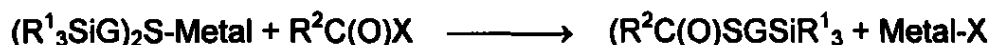
Otro objeto de esta invención es proveer un proceso que implique el uso de un lavado acuoso de la solución del producto final, el cual, al contrario del paso de destilación que requiere la anterior Patente U.S. No. 6,414,061, es una forma más ágil y eficiente de separar el mercaptosilano bloqueado del producto del subproducto halogenuro metálico.

#### DESCRIPCIÓN DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

En el proceso de esta invención, un compuesto organosilicio que contenga polisulfano de la fórmula  $(R^1_3SiG)_2S_n$ , en el cual  $R^1$ ,  $G$  y  $n$  tienen los significados que se indican arriba, y un metal alcalino, metal térreo alcalino o una base fuerte derivada del metal alcalino o metal térreo alcalino, puede considerarse que reacciona para formar una sal metálica del compuesto organosilicio que contenga polisulfano de acuerdo con la reacción (ilustrada para un metal alcalino tal como sodio).



La sal metálica del compuesto organosilicio que contiene polisulfano y un halogenuro tal como un halogenuro de acilo o dihalogenuro de carbonilo, por ejemplo, de la fórmula  $R^2C(O)X$  en la cual,  $R^2$  y  $X$  tienen los significados antes señalados, puede entonces considerarse para reaccionar para formar el producto mercaptosilano bloqueado y un subproducto de halogenuro metálico de acuerdo con la reacción:



Compuestos organosilicio que contengan polisulfano útiles incluyen, por ejemplo, bis[(triétoxisilil)propil]polisulfano, bis[(metildietoxisilil)propil]polisulfano, bis[(triétoxisilil)isobutil]polisulfano, bis[(metildietoxisilil)isobutil]polisulfano, bis[(trimetoxisilil)propil]isobutil]polisulfano, bis[(metildimetoxisilil)propil]polisulfano, bis[(trimetoxisilil)isobutil]polisulfano, y bis[(metildimetoxisilil)isobutil]polisulfano.

El compuesto organosilicio que contiene polisulfano es reaccionado con un metal alcalino, metal térreo alcalino o una base fuerte derivada de un metal alcalino o metal térreo alcalino. Metales alcalinos, metales térreos alcalinos y derivados metálicos básicos incluyen por ejemplo, litio, sodio, potasio, magnesio, calcio, hidruro de litio, hidruro de sodio, hidruro de potasio, hidruro de magnesio, hidruro de calcio, metóxido de sodio, etóxido de sodio, metóxido de potasio, etóxido de potasio y mezclas de lo mismo.

La sal metálica resultante del compuesto organosilicio que contiene polisulfano es combinada con un halogenuro de acilo o dihalogenuro de carbonilo, por ejemplo, de la fórmula general  $R^2C(O)X$

*supra* en la cual  $R^2$  es halógeno o alquilo, alquenilo, arilo, alcarilo o aralquilo hasta de 18 átomos de carbono y X es halógeno, para producir un mercaptosilano bloqueado. Halogenuros de acilo incluyen cloruro de acetilo, cloruro de propanoilo, cloruro de butanoilo, cloruro de pentanoilo, cloruro de hexanoilo, cloruro de heptanoilo, cloruro de octanoilo, cloruro de 2-etilhexanoilo, cloruro de lauroilo, cloruro de oleoilo, cloroformato de octilo, cloruro de adipilo, cloruro de fenilacetil, cloruro de benzoilo, cloruro de tereftaloil y cloroformato de fenilo. Dihaluros de carbonilo útiles incluyen bicloruro de carbonilo (fosgeno), difosgeno, trifosgeno, tiofosgeno y cloruro de oxalilo

El producto mercaptosilano bloqueado obtenido del anterior proceso se conforma a la fórmula general  $R^2C(O)SGSiR^1_3$ , en donde  $R^1$ ,  $R^2$  y G tienen los significados arriba mencionados. Mercaptosilanos bloqueados específicos incluyen, por ejemplo, tioacetato de 2-trietoxisilil-1-etilo; tioacetato de 2-trimetoxisilil-1-etilo; tioacetato de 2-(metildimetoxisilil)-1-etilo; tioacetato de 3-trimetoxisilil-1-propilo; tioacetato de trietoxisililmetilo; tioacetato de trimetoxisililmetilo; tioacetato de trisopropoxisililmetilo; tioacetato de metildietoxisililmetilo; tioacetato de metildimetoxisililmetilo; tioacetato de metildiisopropoxisililmetilo; tioacetato de dimetiletoxosililmetilo; tioacetato de dimetilmetoxisililmetilo; tioacetato de dimetilisopropoxisililmetilo; tioacetato de 2-trisopropoxisilil-1-etilo; tioacetato de 2-(metildietoxisilil)-1-etilo; tioacetato de 2-(metildiisopropoxisilil)-1-etilo; tioacetato de 2-(dimetiletoxosilil)-1-etilo; tioacetato de 2-(dimetilmetoxisilil)-1-etilo; tioacetato de 2-(dimetilisopropoxisilil)-1-etilo; tioacetato de 3-trietoxisilil-1-propil; tioacetato de 3-trisopropoxisilil-1-propil; tioacetato de 3-metildietoxisilil-1-propil; tioacetato de 3-metildiisopropoxisilil-1-propil; 1-(2-trietoxisilil-1-etil)-4-tioacetilciclohexano; 1-(2-trietoxisilil-1-etil)-3-tioacetilciclohexano; 2-trietoxisilil-5-tioacetilnorbomeno; 2-trietoxisilil-4-

11

tioacetilnorbomeno; 2-(2-trietoxisilil-1-etil)-5-tioacetilnorbomeno, 2-(2-trietoxisilil-1-etil)-4-tioacetilnorbomeno; tioacetato de 6-trietoxisilil-1-hexilo; tioacetato de 1-trietoxisilil-5-hexilo; tioacetato de 8-trietoxisilil-1-octilo; tioacetato de 1-trietoxisilil-7-octilo, tioacetato de 6-trietoxisilil-1-hexilo; tioacetato de 1-trietoxisilil-5-octilo; tioacetato de 8-trietoxisilil-1-octilo; tioacetato de 1-trietoxisilil-7-octilo, tioacetato de 10-trietoxisilil-1-decilo, tioacetato de 1-trietoxisilil-9-decilo, tioacetato de 1-trietoxisilil-2-butilo;

tioacetato de 1-trietoxisilil-3-butilo; tioacetato de 1-trietoxisilil-3-metil-2-butilo;

tioacetato de 1-trietoxisilil-3-metil-3-butilo; tiooctanoato de 3-trietoxisilil-1-propilo;

tiopamitato de 3-trietoxisilil-1-propilo; tiooctanoato de 3-trietoxisilil-1-propilo;

tiobenzoato de 3-trietoxisilil-1-propil; tio-2-etilhexanoato de 3-trietoxisilil-1-propilo;

tioacetato de 3-metildiacetoxisilil-1-propilo; tioacetato de 3-triacetoxisilil-1-propilo; y tioacetato de 2-metildiacetoxisilil-1-etilo.

La reacción del compuesto organosilicio que contiene polisulfano con metal alcalino, metal térreo alcalino o derivados básicos de metal alcalino o metal térreo alcalino se lleva a cabo en equivalente de mole entre 1:1 y 1:10, y preferiblemente, entre 1 2.0 y 1;2.5. La reacción de la sal metálica del compuesto organosilicio que contiene polisulfano con halogenuro de acilo puede hacerse entre 1.25:1 y 1:1 o con un dihalogenuro de carbonilo entre aproximadamente 2.25:1 y 2:1 equivalentes de mole.

La reacción entre el compuesto organosilicio que contiene polisulfano y el metal alcalino, metal térreo alcalino o el derivado de metal básico se hace en un rango entre temperatura ambiente y la temperatura de fundición del metal o del derivado metálico que se use. Preferiblemente se hace a una temperatura en donde el metal es en estado líquido para aumentar su área de superficie, como por ejemplo, entre 25°C y 150°C y preferiblemente entre 80°C y 120°C. La reacción subsiguiente de la sal metálica del compuesto organosilicio que contiene polisulfano y el halogenuro de acilo o dihalogenuro de carbonilo puede hacerse a una temperatura entre temperatura ambiente y aproximadamente el punto de ebullición del solvente que se use; y preferiblemente, la temperatura es entre 10°C y 50°C. El lavado acuoso del producto de mercaptosilano bloqueado y el halogenuro metálico se hace entre aproximadamente 4°C y 100°C y preferiblemente entre 10°C y 50°C. Además, el proceso entero o cualquier paso

- del mismo, puede hacerse a temperatura ambiente, presión ambiente, elevada o reducida.

El proceso entero de esta invención o de cualquier paso del mismo, puede hacerse en un solvente. Solventes útiles pueden ser por ejemplo, cualquier compuesto aromático, tal como tolueno, benceno, xileno y cualquier solvente de hidrocarburo, tal como hexano, heptano, isooctano y octano.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos del proceso de esta invención.

Todas las operaciones se hicieron bajo una atmósfera de nitrógeno. Se usó Silquest® A-1589 (bis(trietoxisililpropil)disulfano), Silquest® A-15304 "disulfuro más purificado luego Silquest® A-1589" (bis(trietoxisililpropil) disulfano), Silquest® A-1289 (bis(trietoxisililpropil)tetrasulfano), tolueno y sodio tal como se recibieron sin más purificación. Se usó agua desionizada, tal como se obtuvo. Todos los datos GC se expresan en peso/masa % (peso/peso) y se obtuvo de GC Lab usando una Hewlett-Packard 5890 Serie II – cromatografía a gas. Las siguientes abreviaciones y marcas (con sus descripciones) aparecen en los ejemplos:

| <u>Abreviación</u>       | <u>Descripción</u>                                                                                                 |
|--------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| CPTES                    | Cloropropiltriethoxisilano                                                                                         |
| MPTES                    | Mercaptopropiltriethoxisilano                                                                                      |
| Mercaptosilano bloqueado | 3-(Octanoiltio)-1-propiltriethoxisilano                                                                            |
| S <sub>1</sub> -BTESPS   | Bis(trietoxisilil)propil sulfano                                                                                   |
| S <sub>2</sub> -BTESPS   | Bis(trietoxisilil)propil sulfano                                                                                   |
| S <sub>1</sub> -BTESPS   | Bis(trietoxisilil)propildisulfano                                                                                  |
| S <sub>3</sub> -BTESPS   | Bis(trietoxisilil)propiltrisulfano                                                                                 |
| 2Si                      | Disiloxano de S-tiocarboxilato mercaptosilano                                                                      |
| Pesados eluidos          | Suma de 2Si y todos los componentes que se eluyeron después del 2Si.                                               |
| Solvente® 140            | Mezcla de hidrocarburos no aromáticos entre C <sub>12</sub> -C <sub>14</sub> con un peso molecular promedio de 140 |

13

**EJEMPLO COMPARATIVO 1**

A temperatura ambiente se trataron 515,20 g de tolueno con 25,00 g de sodio (1,076 moles) y se calentó a ~105°C. La suspensión fundida sodio-tolueno se trató con 265,21 g de MPTES (1,079 moles) durante 30 minutos, resultando en la evolución de hidrógeno. Una vez se terminó de adicional MPTES, la solución transparente, incolora que resultó se enfrió a ~45°C y se trató con 164,75 g de cloruro de octanoilo (0,982 moles). La adición de cloruro de octanoilo resultó en una reacción exotérmica y en la generación de sales. El cloruro de octanoilo se agregó en el curso de una hora mientras que la temperatura de la reacción se aumentó lentamente a 62°C. Cuando la reacción se enfrió a 50°C, se agregaron 215,0 g de agua desionizada resultando en la disolución de sales y la formación de dos capas. La capa acuosa se removió y también el tolueno, *in vacuo*, recuperando 504,72 g de tolueno (98% de recuperación). Se recuperaron 387,59 g de mercaptosilano bloqueado como un líquido transparente, incoloro, con la siguiente composición GC (98% de eficiencia):

| eluido         |                                 | bloqueado    |              |                                  |                                       |            |                |
|----------------|---------------------------------|--------------|--------------|----------------------------------|---------------------------------------|------------|----------------|
| <u>tolueno</u> | <u>Etil</u><br><u>octanoato</u> | <u>CPTES</u> | <u>MPTES</u> | <u>Mercapt</u><br><u>osilano</u> | <u>S<sub>4</sub>-</u><br><u>BTEPS</u> | <u>2Si</u> | <u>Pesados</u> |
| 0,45           | 0,74                            | 0,01         | 4,67         | 89,74                            | 0,85                                  | 1,71       | 3,49           |

**EJEMPLO COMPARATIVO 2**

A temperatura ambiente, se cargó un reactor de 50 L con 45,0 lbs de tolueno (20,4 kg) seguida por la adición de 2,4 lbs de sodio (1015 g, 43,7 moles). Esta suspensión se calentó a ~105°C y el sodio fundido resultante se trató con 24,3 lbs de MPTES (11,0 kg 44,8 moles) durante una hora y 22 minutos, resultando en la evolución de hidrógeno. Una vez se terminó la adición de MPTES, la solución transparente se enfrió a temperatura ambiente y luego se trató con 15,5 lbs de cloruro de octanoilo (7,0 kg, 42,8 moles) durante una hora y 35 minutos, alcanzando la temperatura de reacción a 58°C. La mezcla resultante se enfrió a 32°C y luego se agregaron 19,0 lbs (8.6 kg) de agua desionizada resultando en disolución de las sales para dar dos capas. Se retiró la capa acuosa, recuperando 25,4 lbs de desechos acuosos (11,5 kg) y el tolueno se retiró *in vacuo* recuperando 46,1 lbs de tolueno (20,9 kg, 102% de recuperación). El producto se filtró con un filtro Kuno usando un paño de filtro de 5 micrones, recuperando 31,0

14

lbs de mercaptosilano bloqueado (14,0 kg) como un líquido amarillo transparente con el siguiente análisis GC (85% de eficiencia):

| Bloqueado      |                       | eluido       |              |                        |                            |            |                |
|----------------|-----------------------|--------------|--------------|------------------------|----------------------------|------------|----------------|
| <u>tolueno</u> | <u>Etil octanoato</u> | <u>CPTES</u> | <u>MPTES</u> | <u>Mercapt osilano</u> | <u>S<sub>1</sub>-BTEPS</u> | <u>2Si</u> | <u>Pesados</u> |
| 0,69           | 3,80                  | 0,01         | 6,40         | 82,04                  | 0,71                       | 2,28       | 2,97           |

EJEMPLO 1

A temperatura ambiente, se trataron 526,82 g de tolueno con 29,98 g de sodio (1,261 moles) y se calentó a ~110°C. La suspensión fundida sodio-tolueno se trató con 299,15 g de Silquest® A-1589 (0,590 moles) durante 45 minutos. La adición de Silquest® A-1589 fue exotérmica y se formó una solución opaca, rojo púrpura oscuro. Una vez se terminó la adición de Silquest® A-1589, la mezcla de la reacción se enfrió a ~ 45°C y se agregaron 189,25 g de cloruro de octanoilo (1,152 moles) en el curso de una hora, resultando en una suspensión de sal viscosa alcanzando la reacción a 60°C. A ~45°C la reacción se trató con 278,42 g de agua resultando en la disolución de sales para dar una capa de tolueno transparente color amarillo naranja y una capa acuosa, opaca, oscura, que se retiró. Se recuperaron 382,62 g de desecho acuoso. El tolueno se quitó *in vacuo* recuperando 576,93 g de tolueno (agua contenida, 106% de recuperación). Se recuperaron 373,53 g de mercaptosilano bloqueado como un líquido transparente naranja oscuro con el siguiente análisis GC (87% de eficiencia)

| Etil           |                  | Bloqueado    |              |                        | Eluido                     |                            |                            |            |                |
|----------------|------------------|--------------|--------------|------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|------------|----------------|
| <u>tolueno</u> | <u>octanoato</u> | <u>CPTES</u> | <u>MPTES</u> | <u>Mercapt osilano</u> | <u>S<sub>1</sub>-BTEPS</u> | <u>S<sub>2</sub>-BTEPS</u> | <u>S<sub>3</sub>-BTEPS</u> | <u>2Si</u> | <u>Pesados</u> |
| 1,41           | 0,76             | 0,01         | 0,43         | 80,36                  | 6,80                       | 4,97                       | 0,01                       | 2,90       | 4,06           |

EJEMPLO 2

A temperatura ambiente, se cargó un reactor de 50 L con 46,0 lbs de tolueno (20,9 kg) seguido por la adición de 2,3 lbs de sodio (164 g 45,8 moles) y se calentó a ~110°C. El sodio fundido se trató con 22,7 lbs de Silquest® A-1589 (10,3 kg)

durante 69 minutos resultando en una reacción exotérmica. Una vez se terminó la adición de Silquest® A-1589, la suspensión oscura resultante se enfrió a ~38°C y luego se trató con 13,8 lbs de cloruro de octanoilo (6,3 kg, 38,1 moles) durante dos horas llegando la temperatura de la reacción a 48°C. La suspensión resultante se enfrió a temperatura ambiente y luego se trató con 22,0 lbs de agua desionizada (10,0 kg). Se observó una exotermia a 5°C y las sales se disolvieron resultando en dos capas. La capa acuosa opaca oscura se retiró recuperando 31,4 lbs de desechos acosos (14,2 kg). El tolueno se quitó recuperando 43,9 lbs (19,9 kg, 95% de recuperación). El producto se filtró con un filtro Kuno usando un paño de filtro de 5 micrones, recuperando 31,0 lbs de mercaptosilano bloqueado (14,1 kg) como un líquido transparente amarillo, con el siguiente análisis GC (92% de eficiencia).

| Etil           |                  | Bloqueado    |              |                    |                                 | Eluido                          |                                 |            |                |
|----------------|------------------|--------------|--------------|--------------------|---------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|------------|----------------|
| <u>tolueno</u> | <u>octanoato</u> | <u>CPTES</u> | <u>MPTES</u> | Mercapt<br>osilano | <u>S<sub>1</sub>-<br/>BTEPS</u> | <u>S<sub>2</sub>-<br/>BTEPS</u> | <u>S<sub>3</sub>-<br/>BTEPS</u> | <u>2Si</u> | <u>Pesados</u> |
| 0,80           | 0,99             | 0,01         | 1,00         | 79,01              | 7,08                            | 5,72                            | 0,16                            | 2,36       | 4,02           |

### EJEMPLO 3

A temperatura ambiente, se trataron 509,88 g de tolueno con 30,04 g de sodio (1,299 moles) y se calentó a ~110°C. La suspensión fundida sodio-tolueno se trató con 300,97 g de Silquest® Y-15304 (0,590 moles) en el curso de 45 minutos. La adición de Silquest® Y-15304 fue exotérmica y se formó una solución opaca color rojo púrpura oscuro. Una vez se terminó la adición de Silquest® Y-15304, la mezcla de la reacción se enfrió a ~45°C y se agregaron 196,01 g de cloruro de octanoilo (1,169 moles) en el curso de una hora, resultando en una suspensión de sal viscosa alcanzando la reacción una temperatura de 60°C. A ~45°C, la reacción se trató con 270,72 g de agua, resultando en disolución de la sales para dar una capa de tolueno transparente, amarillo-naranja, y una capa acuosa opaca oscura la cual se retiró. Se recuperaron 330,89 g de desecho aguoso. El tolueno se quitó *in vacuo* recuperando 382,98 g de tolueno (75% de recuperación). Se recuperaron 433,06 g de mercaptosilano bloqueado como un líquido transparente amarillo oscuro, con el siguiente análisis GC (95% de eficiencia):

16

| Etil           |                  | Bloqueado    |              |                | Eluido                     |                            |                            |            |                |
|----------------|------------------|--------------|--------------|----------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|------------|----------------|
| <u>tolueno</u> | <u>octanoato</u> | <u>CPTES</u> | <u>MPTES</u> | Mercaptosilano | <u>S<sub>1</sub>-BTEPS</u> | <u>S<sub>2</sub>-BTEPS</u> | <u>S<sub>3</sub>-BTEPS</u> | <u>2Si</u> | <u>Pesados</u> |
| 0,04           | 0,46             | 0,01         | 0,15         | 84,47          | 2,15                       | 5,41                       | 1,52                       | 3,02       | 4,91           |

**EJEMPLO 4**

A temperatura ambiente, se cargó un reactor de 50 L con 45,0 lbs de tolueno (20,4 kg) y 2,34 lbs de sodio (1061 g, 45,7 moles) y se calentó a 100°C. El sodio fundido se trató con 22,8 lbs de Silquest® Y-15304 (10,3 kg) en el curso de 69 minutos, resultando en una reacción exotérmica. Una vez se terminó la adición de Silquest® Y-15304, la suspensión opaca oscura resultante se enfrió a 35°C y se agregaron 13,6 lbs de cloruro de octanoilo (6,2 kg, 37,6 moles) en el curso de una hora y 49 minutos, resultando en una reacción exotérmica alcanzando la reacción una temperatura de ~50°C. Una vez se terminó la adición de cloruro de octanoilo, la suspensión resultante se trató con 22,2 lbs de agua desionizada (10,1 kg) resultando en la disolución de sales para dar dos capas. La capa acosa oscura resultante se retiró recuperando 30,3 lbs (13,7 kg). El tolueno se retiró *in vacuo* recuperando 45,7 lbs (207 kg, 102% de recuperación). El producto se filtró con un filtro Kuno usando un palo de filtro de 5 micrones, recuperando 30,6 lbs de mercaptosilano bloqueado (13,9%) como un líquido transparente, amarillo oscuro, con el siguiente análisis GC (92% de eficiencia):

| Etil           |                  | Bloqueado    |              |                | Eluido                     |                            |                            |            |                |
|----------------|------------------|--------------|--------------|----------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|------------|----------------|
| <u>tolueno</u> | <u>octanoato</u> | <u>CPTES</u> | <u>MPTES</u> | Mercaptosilano | <u>S<sub>1</sub>-BTEPS</u> | <u>S<sub>2</sub>-BTEPS</u> | <u>S<sub>3</sub>-BTEPS</u> | <u>2Si</u> | <u>Pesados</u> |
| 0,61           | 0,82             | 0,01         | 2,72         | 82 04          | 2,57                       | 6,57                       | 0,14                       | 2,38       | 3,37           |

**EJEMPLO 5**

A temperatura ambiente, se trataron 160 g de Solvente® 140 con 11 g de sodio (0,478 moles) y se calentó a ~110°C. La suspensión sodio fundido-Solvente® se trató con 63 g de Silquest® A-1289 (0,117 moles) en el curso de 45 minutos. La adición de Silquest® A-1289 fue exotérmica y se formó una solución opaca, rojo púrpura oscura. Una vez se terminó la adición de Silquest® A-1289, la mezcla de

la reacción se enfrió a ~45°C y se agregaron 76 g de cloruro de octanoilo (0,468 moles) en el curso de una hora, resultando en una suspensión de sal viscosa alcanzando la reacción una temperatura de 104°C. A ~45°C, la reacción se trató con 175 g de agua resultando en la disolución de sales para dar una capa transparente amarillo-naranja de Solvente® 140 y una capa acuosa, opaca, oscura, la cual se retiró. Se recuperaron 236 g de desecho acuoso. El tolueno se quitó *in vacuo* recuperando 155 g de Solvente® 140 (97% de recuperación). Se recuperaron 110 g de mercaptosilano como un líquido transparente, amarillo oscuro con el siguiente análisis GC (89% de eficiencia):

| Etil           |                  | Bloqueado    |              |                |                            | Eluido                     |                            |            |                |
|----------------|------------------|--------------|--------------|----------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|------------|----------------|
| <u>tolueno</u> | <u>octanoato</u> | <u>CPTES</u> | <u>MPTES</u> | Mercaptosilano | <u>S<sub>1</sub>-BTEPS</u> | <u>S<sub>2</sub>-BTEPS</u> | <u>S<sub>3</sub>-BTEPS</u> | <u>2Si</u> | <u>Pesados</u> |
| 0,70           | 2,20             | 0,01         | 2,66         | 64,75          | 0,90                       | 23,31                      | 2,18                       | —          | —              |

## REIVINDICACIONES:

1 Un proceso para la manufactura de un mercaptosilano bloqueado, que comprende:

hacer reaccionar al menos un compuesto organosilicio que contenga polisulfano, de la fórmula general:



(a) en donde cada  $R^1$  es independientemente metoxi, etoxi o alquilo entre 1 y 6 átomos de carbono, siempre y cuando que al menos un grupo  $R^1$  sea metoxi o etoxi, G es un grupo alquileno de entre 1 y 12 átomos de carbono y n es de entre 2 y 8, con al menos un metal alcalino, metal térreo alcalino o un derivado básico de un metal alcalino o metal térreo alcalino para proveer la correspondiente sal metálica del compuesto organosilicio que contiene polisulfano, y;

(b) hacer reaccionar la sal metálica del compuesto organosilicio que contiene polisulfano con un halogenuro de acilo o dihalogenuro de carbonilo para proveer un mercaptosilano bloqueado.

2. El proceso de la Reivindicación 1, en donde el compuesto:

bis[(trietoxisilil)propil]polisulfano, bis[(metildietoxisilil)propil]polisulfano, bis[(trietoxisilil)isobutil]polisulfano, bis[(metildietoxisilil)isobutil]polisulfano, bis[(trimetoxisilil)propil]isobutil]polisulfano, bis[(metildimetoxisilil)propil]polisulfano, bis[(trimetoxisilil)isobutil]polisulfano, y bis[(metildimetoxisilil)isobutil]polisulfano

3. El proceso de la Reivindicación 1, en donde el metal alcalino, metal térreo alcalino y los derivados básicos de metal alcalino o metal térreo alcalino son seleccionados del grupo compuesto por litio, sodio, potasio, magnesio, calcio, hidruro de litio, hidruro de sodio, hidruro de potasio, hidruro de magnesio, hidruro de calcio y mezclas de lo mismo.

4. El proceso de la Reivindicación 1, en donde el halogenuro de acilo o dihalogenuro carbonilo es de la fórmula general:



19

en donde  $R^2$  es halógeno o alquilo, alquenido, arilo, alcarilo o aralquilo hasta de 16 átomos de carbono y X es halógeno.

5 El proceso de la Reivindicación 4, en donde el halogenuro de acilo es cloruro de acetilo, cloruro de propanoilo, cloruro de butanoilo, cloruro de pentanoilo, cloruro de hexanoilo, cloruro de heptanoilo, cloruro de octanoilo, cloruro de 2-etilhexanoilo, cloruro de lauroilo, cloruro de oleoilo, cloroformato de octilo, cloruro de adipoilo, cloruro de fenilacetil, cloruro de benzoilo, cloruro de tereftaloilo y cloroformato de fenilo.

6. El proceso de la Reivindicación 4, en donde el dihalogenuro de carbonilo es fosfeno, difosgeno, trifosgeno, tiofosfeno y cloruro de oxalilo

7. El proceso de la Reivindicación 4, en donde el producto mercaptosilano bloqueado es de la fórmula general



en donde,  $R^1$ ,  $R^2$  y G tienen los significados arriba señalados

8. El proceso de la Reivindicación 7, en donde el producto mercaptosilano bloqueado es seleccionado del grupo compuesto por

tioacetato de 2-trietoxisilil-1-etilo; tioacetato de 2-trimetoxisilil-1-etilo; tioacetato de 2-(metildimetoxisilil)-1-etilo, tioacetato de 3-trimetoxisilil-1-propilo; tioacetato de trietoxisililmetilo; tioacetato de trimetoxisililmetilo; tioacetato de trisopropoxisililmetilo; tioacetato de metildietoxisililmetilo; tioacetato de metildimetoxisililmetilo; tioacetato de metildiisopropoxisililmetilo; tioacetato de dimetiletoxosililmetilo; tioacetato de dimetilmetoxisililmetilo; tioacetato de dimetilisopropoxisililmetilo; tioacetato de 2-trisopropoxisilil-1-etilo; tioacetato de 2-(metildietoxisilil)-1-etilo; tioacetato de 2-(metildiisopropoxisilil)-1-etilo; tioacetato de 2-(dimetiletoxosilil)-1-etilo; tioacetato de 2-(dimetilmetoxisilil)-1-etilo; tioacetato de 2-(dimetilisopropoxisilil)-1-etilo, tioacetato de 3-trietoxisilil-1-propil; tioacetato de 3-trisopropoxisilil-1-propil; tioacetato de 3-metildietoxisilil-1-propil; tioacetato de 3-metildiisopropoxisilil-1-propil; 1-(2-trietoxisilil-1-etil)-4-tioacetilciclohexano, 1-(2-trietoxisilil-1-etil)-3-tioacetilciclohexano; 2-trietoxisilil-5-tioacetilnorborneno; 2-trietoxisilil-4-tioacetilnorborneno; 2-(2-trietoxisilil-1-etil)-5-tioacetilnorborneno; 2-(2-trietoxisilil-1-etil)-4-tioacetilnorborneno, tioacetato de 6-trietoxisilil-1-hexilo; tioacetato de 1-trietoxisilil-5-hexilo, tioacetato de 8-trietoxisilil-1-octilo, tioacetato de 1-trietoxisilil-7-octilo; tioacetato de 6-trietoxisilil-1-hexilo; tioacetato de 1-trietoxisilil-5-octilo;

tioacetato de 8-trietoxisilil-1-octilo; tioacetato de 1-trietoxisilil-7-octilo; tioacetato de 10-trietoxisilil-1-decilo; tioacetato de 1-trietoxisilil-9-decilo; tioacetato de 1-trietoxisilil-2-butilo,

tioacetato de 1-trietoxisilil-3-butilo; tioacetato de 1-trietoxisilil-3-metil-2-butilo;

tioacetato de 1-trietoxisilil-3-metil-3-butilo; tiooctanoato de 3-trietoxisilil-1-propilo;

tiopamitato de 3-trietoxisilil-1-propilo; tiooctanoato de 3-trietoxisilil-1-propilo;

tiobenzoato de 3-trietoxisilil-1-propil; tio-2-etilhexanoato de 3-trietoxisilil-1-propilo;

tioacetato de 3-metildiacetoxisilil-1-propilo; tioacetato de 3-triacetoxisilil-1-propilo; y tioacetato de 2-metildiacetoxisilil-1-etilo.

9. El proceso de la Reivindicación 1, en donde el rango de equivalentes de mole de metal alcalino, metal térreo alcalino, derivado básico de metal alcalino o metal térreo alcalino al compuesto de organosilicio que contiene polisulfano es entre 1:1 y 10:1 y preferiblemente, entre 2:1 y 2,5:1

10. El proceso de la Reivindicación 1, en donde el rango de sal metálica del compuesto organosilicio que contiene polisulfano a halogenuro de acilo es entre 1,25:1 y 1:1 equivalentes de mole o dihalogenuro de carbonilo es entre 2,25:1 y 2:1 equivalentes de mole.

11. El proceso de la Reivindicación 1, en donde la reacción entre el compuesto de organosilicio que contiene polisulfano y el metal alcalino, metal térreo alcalino o un derivado básico de metal alcalino o metal térreo alcalino se hace a una temperatura en la cual el metal o el derivado del metal es en estado líquido.

12. El proceso de la Reivindicación 1, en donde la reacción de la sal metálica del compuesto de organosilicio que contiene polisulfano y el halogenuro de acilo o dihalogenuro de carbonilo se hace a una temperatura entre 10° y 50°C.

13. El proceso de la Reivindicación 1 hecho en un solvente.

14. El proceso de la Reivindicación 13, en donde el solvente es seleccionado del grupo compuesto por tolueno, benceno, xileno, hexano, heptano, isooctano y octano.

22

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO

Radicacion : 05099266 00000000  
 Fecha (AMD): 2005-09-30 15:40:17 Folios: 21  
 Trámite : 011 PCT-PATENI 379 FASE NACI 411 PRESENTAC  
 Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

## REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRAMITE

|                                                                                                              | USUARIO | RADICADOR |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|-----------|
| <b>PATENTE DE INVENCION</b> <span style="float: right;">PCT</span>                                           | ( )     | ( )       |
| MODELO DE UTILIDAD                                                                                           | ( )     | ( )       |
| - Indicación de que se solicita la concesión de una patente.                                                 | ( )     | (X)       |
| - Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.                      | ( )     | (X)       |
| - Descripción de la invención.                                                                               | ( )     | (X)       |
| - Dibujos de ser estos pertinentes.                                                                          | ( )     | (X)       |
| - Comprobante de Pago de las tasas establecidas.                                                             | ( )     | (X)       |
| <b>COMPLETA</b> <span style="float: right;">(X)</span>                                                       | ( )     | ( )       |
| <b>INCOMPLETA</b>                                                                                            | ( )     | ( )       |
| <b>DISEÑO INDUSTRIAL</b> ( )                                                                                 |         |           |
| - Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial                                             | ( )     | ( )       |
| - Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud                          | ( )     | ( )       |
| - Representación gráfica o fotográfica del Diseño Industrial o muestra del Material que incorpora el diseño. | ( )     | ( )       |
| - Comprobante de pago de las tasas establecidas                                                              | ( )     | ( )       |
| <b>COMPLETA</b> ( )                                                                                          | ( )     | ( )       |
| <b>INCOMPLETA</b>                                                                                            | ( )     | ( )       |
| <b>ESQUEMA DE TRAZADO</b> ( )                                                                                |         |           |
| - Indicación de que solicita el registro de un Esquema de trazado.                                           | ( )     | ( )       |
| - Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta La solicitud.                         | ( )     | ( )       |
| - Representación gráfica del esquema de trazado                                                              | ( )     | ( )       |
| - Comprobante de pago de las tasas establecidas                                                              | ( )     | ( )       |
| <b>COMPLETA</b> ( )                                                                                          | ( )     | ( )       |
| <b>INCOMPLETA</b>                                                                                            | ( )     | ( )       |

Firma Responsable:

Fecha:

22  
23

**REPUBLICA DE COLOMBIA**  
**SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO**

Bogotá,  
2020

Doctor(a)  
CASTILLO GIBSON LUIS FELIPE  
Apoderado(a) y/o Representante de  
GENERAL ELECTRIC COMPANY

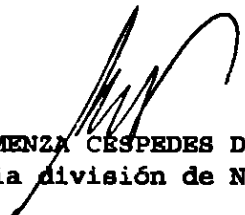
|            |                            |               |
|------------|----------------------------|---------------|
| REFERENCIA | Radicación No.             | 05 99266      |
|            | Solicitud internacional    | US2004/006422 |
|            | Fecha inicio fase nacional | 03/10/2005    |
|            | Trámite                    | 11            |
|            | Evento                     | 379           |
|            | Actuación                  | 430           |
|            | Oficio No.                 | 11804         |

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

1. La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante. (Art. 26-k) Decisión 486.

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única No.10 de 2001.

  
ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL  
Jefe de la división de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha 09 DIC, 2005  
adpal

  
9/12/05

