



República Federativa do Brasil

Ministério do Desenvolvimento, Indústria,
Comércio e Serviços

Instituto Nacional da Propriedade Industrial



* B R 1 1 2 0 2 0 0 1 0 4 0 3 B 1 *

(11) BR 112020010403-5 B1

(22) Data do Depósito: 16/11/2018

(45) Data de Concessão: 09/05/2023

(54) Título: MISTURAS DE SILANO E PROCESSOS PARA PREPARAR AS MESMAS

(51) Int.Cl.: C08L 83/14; C08K 5/548.

(30) Prioridade Unionista: 28/11/2017 DE 102017221269.1.

(73) Titular(es): EVONIK OPERATIONS GMBH.

(72) Inventor(es): ALEXANDER KÖPFER; CAREN RÖBEN; ANDRE HASSE; FRANK FORSTER.

(86) Pedido PCT: PCT EP2018081486 de 16/11/2018

(87) Publicação PCT: WO 2019/105758 de 06/06/2019

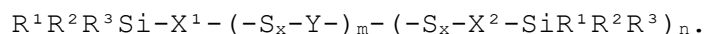
(85) Data do Início da Fase Nacional: 25/05/2020

(57) Resumo: A invenção se refere a misturas de silano que compreendem um silano da fórmula I $(R_1)y(R_2)_3-ySi-R_3-(S-R_4)_n-Sx-R_5$ (I) e um silano da fórmula II $(R_1)y(R_2)_3-ySi-R_3-S-R_3-Si(R_1)y(R_2)_3-y$ (II) em que a razão molar entre silano da fórmula I e silano da fórmula II é 15:85-90:10. A mistura de silano de acordo com a invenção pode ser preparada misturando-se os silanos da fórmula I e os silanos da fórmula II.

"MISTURAS DE SILANO E PROCESSOS PARA PREPARAR AS MESMAS"

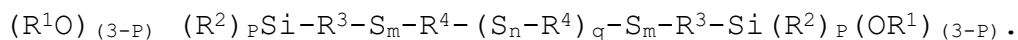
[0001] A invenção se refere a misturas de silano e a processos para preparação das mesmas.

[0002] Os documentos EP 0670347 e EP 0753549 revelam misturas de borracha que compreendem pelo menos um reticulador, uma carga, de modo opcionalmente adicional, auxiliares da borracha e pelo menos um aditivo de reforço da fórmula



[0003] O documento JP2012149189 revela o silano de fórmula $R^1O)_{1}R^2_{(3-1)}Si-R^3-(S_mR^4)_n-S-R^5$ com $R^5 = -C(=O)-R^6$
 $R^6 = C1-C20$.

[0004] Além disso, o documento EP 1375504 revela silanos da fórmula



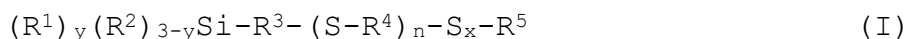
[0005] O documento WO 2005/059022 revela misturas de borracha que compreendem um silano da fórmula
 $[R^2R^3R^4Si-R^5-S-R^6-R^7-]R^1$.

[0006] Adicionalmente conhecidas são as misturas de borracha que compreendem um silano bifuncional e um silano adicional da fórmula (Y)G(Z) (documento WO 2012/092062) e misturas de borracha que compreendem polissulfeto de bistrietoxissililpropila e monossulfeto de bistrietoxissililpropila (documento EP1085045).

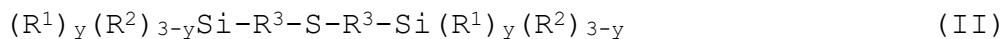
[0007] O documento EP 1928949 revela uma mistura de borracha que compreende os silanos $(H_5C_2O)_3Si-(CH_2)_3-X-(CH_2)_6-S_2-(CH_2)_6-X-(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_3$ e/ou $(H_5C_2O)_3Si-(CH_2)_3-X-(CH_2)_{10}-S_2-(CH_2)_6-X-(CH_2)_{10}-Si(OC_2H_5)_3$ e $(H_5C_2O)_3Si-(CH_2)_3-S_m-(CH_2)_3-Si(OC_2H_5)_3$.

[0008] É um objetivo da presente invenção fornecer misturas de silano que têm resistência ao rolamento e densidade de energia de fratura aprimoradas em misturas de borracha em comparação com os silanos conhecidos da técnica anterior.

[0009] A invenção fornece uma mistura de silano que compreende um silano da fórmula I



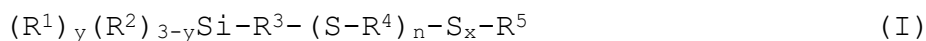
e um silano da fórmula II



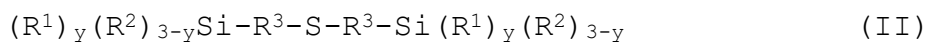
em que R^1 são iguais ou diferentes e são grupos C1-C10-alcóxi, de preferência, grupos metóxi ou etóxi, grupos fenóxi, grupos C4-C10-cicloalcóxi ou grupos alquil poliéter $-O-(R^6-O)_r-R^7$ em que R^6 são iguais ou diferentes e são um grupo C1-C30 hidrocarboneto bivalente aromático/alifático misto ou aromático, alifático, saturado ou insaturado, ramificado ou não ramificado, de preferência, $-CH_2-CH_2-$, r é um número inteiro de 1 a 30, de preferência, 3 a 10, e R^7 é grupos alquila, alquenila, arila ou aralquila ramificados ou não ramificados, não substituídos ou substituídos, de preferência, um grupo $C_{13}H_{27}$ -alquila, R^2 são iguais ou diferentes e são grupos C6-C20-arila, de preferência, grupos fenila, grupos C1-C10-alquila, de preferência, grupo metila ou etila, grupo C2-C20-alquenila, grupo C7-C20-aralquila ou halogênio, de preferência, Cl, R^3 são iguais ou diferentes e são um grupo C1-C30 hidrocarboneto bivalente aromático/alifático misto ou aromático, alifático, saturado ou insaturado, ramificado ou não ramificado, de preferência, C1-C20, com mais preferência, C1-C10, ainda com mais preferência, C2-C8,

especialmente de preferência, CH_2CH_2 e $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$,
 R^4 são iguais ou diferentes e são um grupo C1-C30 hidrocarboneto bivalente aromático/alifático misto ou aromático, alifático, saturado ou insaturado, ramificado ou não ramificado, de preferência, C1-C20, com mais preferência, C1-C10, ainda com mais preferência, C2-C7, especialmente de preferência, $(\text{CH}_2)_6$,
 x é um número inteiro de 1 a 10, de preferência, 1 a 4, com mais preferência 1 ou 2,
quando x é 1, R^5 é hidrogênio ou um grupo $-\text{C}(=\text{O})-\text{R}^8$ com $\text{R}^8 =$ hidrogênio, um grupo C1-C20-alquila, de preferência C1-C17, grupos C6-C20-arila, de preferência fenila, grupo C2-C20-alquenila ou um grupo C7-C20-aralquila e n é 0, 1, 2 ou 3, de preferência 1,
quando x é 2 a 10, R^5 é $-(\text{R}^4-\text{S})_n-\text{R}^3-\text{Si}(\text{R}^1)_y(\text{R}^2)_{3-y}$ e n é 1, 2 ou 3, de preferência 1,
e y são iguais ou diferentes e são 1, 2 ou 3,
e a razão molar entre o silano da fórmula I e o silano da fórmula II é 20:80-90:10, de preferência, 25:75-90:10, com mais preferência, 30:70-90:10, com máxima preferência, 35:65-90:10.

[0010] De preferência, a mistura de silano pode compreender um silano da fórmula I



e um silano da fórmula II



em que n é 1 e R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , x e y têm a mesma definição conforme descrito acima.

[0011] A mistura de silano de acordo com a invenção pode compreender mais aditivos ou consistir somente em silanos

(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-C(=O)-C₁₃H₂₇,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-C(=O)-C₁₅H₃₁,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-C(=O)-C₁₇H₃₅,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-CH₃,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-C₂H₅,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-C₃H₇,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-C₄H₉,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-C₅H₁₁,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-C₆H₁₃,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-C₇H₁₅,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-C₉H₁₉,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-C₁₁H₂₃,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-C₁₃H₂₇,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-C₁₅H₃₁,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)-S-C(=O)-C₁₇H₃₅,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-CH₃,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-C₂H₅,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-C₃H₇,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-C₄H₉,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-C₅H₁₁,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-C₆H₁₃,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-C₇H₁₅,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-C₉H₁₉,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-C₁₁H₂₃,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-C₁₃H₂₇,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-C₁₅H₃₁,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₂-S-C(=O)-C₁₇H₃₅,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₃-S-C(=O)-CH₃,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₃-S-C(=O)-C₂H₅,
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₃-S-C(=O)-C₃H₇,

$(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_4\text{H}_9,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_5\text{H}_{11},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_6\text{H}_{13},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_7\text{H}_{15},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_9\text{H}_{19},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_{11}\text{H}_{23},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_{13}\text{H}_{27},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_{15}\text{H}_{31},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_{17}\text{H}_{35},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}_3,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_2\text{H}_5,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_3\text{H}_7,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_4\text{H}_9,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_5\text{H}_{11},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_6\text{H}_{13},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_7\text{H}_{15},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_9\text{H}_{19},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_{11}\text{H}_{23},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_{13}\text{H}_{27},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_{15}\text{H}_{31},$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_{17}\text{H}_{35},$

[0017] Especialmente preferencial são os silanos da fórmula I

$(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OEt})_3,$ $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}_3,$ $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_7\text{H}_{15}$ e $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_{17}\text{H}_{35}.$

[0018] Os silanos da fórmula II podem ser, de preferência:

$(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)-\text{S}-(\text{CH}_2)-\text{Si}(\text{OEt})_3,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_2-\text{S}-(\text{CH}_2)_2-\text{Si}(\text{OEt})_3,$

$(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_4-\text{S}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{OEt})_3,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_5-\text{S}-(\text{CH}_2)_5\text{Si}(\text{OEt})_3,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-(\text{CH}_2)_6\text{Si}(\text{OEt})_3,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_7-\text{S}-(\text{CH}_2)_7\text{Si}(\text{OEt})_3,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_8-\text{S}-(\text{CH}_2)_8\text{Si}(\text{OEt})_3,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_9-\text{S}-(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OEt})_3,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{S}-(\text{CH}_2)_{10}\text{Si}(\text{OEt})_3,$

[0019] Especialmente preferencial é o silano da fórmula II

$(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3.$

[0020] É dada preferência particular à mistura dos silanos $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OEt})_3,$
 $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}_3,$ $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_7\text{H}_{15}$ ou $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_{17}\text{H}_{35}$
e $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3.$

[0021] A presente invenção fornece adicionalmente um processo para preparar a mistura de silano de acordo com a invenção, que é caracterizado pelo fato de que o silano da fórmula I

$(\text{R}^1)_y(\text{R}^2)_{3-y}\text{Si}-\text{R}^3-(\text{S}-\text{R}^4)_n-\text{S}_x-\text{R}^5$ (I)

e um silano da fórmula II

$(\text{R}^1)_y(\text{R}^2)_{3-y}\text{Si}-\text{R}^3-\text{S}-\text{R}^3-\text{Si}(\text{R}^1)_y(\text{R}^2)_{3-y}$ (II)

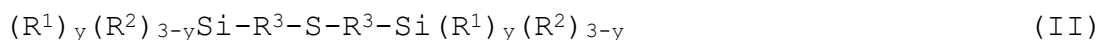
em que $\text{R}^1, \text{R}^2, \text{R}^3, \text{R}^4, \text{R}^5, n, x$ e y têm a definição descrita acima

são misturados em uma razão molar de 20:80-90:10, de preferência, 25:75-90:10, com mais preferência, 30:70-90:10, com máxima preferência, 35:65-90:10.

[0022] De preferência, um silano da fórmula I

$(\text{R}^1)_y(\text{R}^2)_{3-y}\text{Si}-\text{R}^3-(\text{S}-\text{R}^4)_n-\text{S}_x-\text{R}^5$ (I)

e um silano da fórmula II



em que R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , x e y têm a definição descrita acima e n é 1, podem ser misturados.

[0023] O processo de acordo com a invenção pode ser conduzido com exclusão do ar. O processo de acordo com a invenção pode ser conduzido sob atmosfera de gás protetor, por exemplo, sob argônio ou nitrogênio, de preferência, sob nitrogênio.

[0024] O processo de acordo com a invenção pode ser conduzido em pressão padrão, pressão elevada ou pressão reduzida. De preferência, o processo de acordo com a invenção pode ser conduzido em pressão padrão.

[0025] A pressão elevada pode ser uma pressão de 1,1 bar a 100 bar, de preferência, de 1,1 bar a 50 bar, com mais preferência, 1,1 bar a 10 bar e com muita preferência, de 1,1 a 5 bar.

[0026] A pressão reduzida pode ser uma pressão de 1 mbar a 1000 mbar, de preferência, 250 mbar a 1000 mbar, com mais preferência, de 500 mbar a 1000 mbar.

[0027] O processo de acordo com a invenção pode ser conduzido entre 20 °C e 100 °C, de preferência, entre 20 °C e 50 °C, com mais preferência, entre 20 °C e 30 °C.

[0028] O processo de acordo com a invenção pode ser conduzido em um solvente, por exemplo, metanol, etanol, propanol, butanol, ciclo-hexanol, N,N-dimetilformamida, sulfóxido de dimetila, pentano, hexano, ciclo-hexano, heptano, octano, decano, tolueno, xileno, acetona, acetonitrila, tetracloreto de carbono, clorofórmio, diclorometano, 1,2-dicloroetano, tetracloroetileno, éter

dietílico, éter metil *terc*-butílico, metil etil cetona, tetra-hidrofurano, dioxano, piridina ou acetato de etila, ou uma mistura dos solventes mencionados anteriormente. O processo de acordo com a invenção pode, de preferência, ser conduzido sem solvente.

[0029] A mistura de silano de acordo com a invenção pode ser usada como promotor de adesão entre materiais inorgânicos, por exemplo, microesferas de vidro, flocos de vidro, superfícies de vidro, fibras de vidro ou cargas óxidas, de preferência, sílicas como sílicas precipitadas e sílicas pirogênicas,

[0030] e polímeros orgânicos, por exemplo, termofixos, termoplásticos ou elastômeros, ou como agentes de reticulação e modificadores de superfície para superfícies óxidas.

[0031] A mistura de silano de acordo com a invenção pode ser usada como reagentes de acoplamento em misturas de borracha com carga, sendo que os exemplos são bandagens de pneu, artigos de borracha industrial ou solas de sapatos.

[0032] As vantagens das misturas de silano de acordo com a invenção são a resistência ao rolamento aprimorada e o reforço aprimorado nas misturas de borracha.

Exemplos

[0033] Método de RMN: As razões molares e proporções em massa relatadas como resultados de análise nos exemplos são provenientes das medições de ¹³C RMN com os seguintes índices: 100,6 MHz, 1000 varreduras, solvente: CDCl₃, padrão interno para calibração: tetrametilsilano, auxiliar de relaxamento: Cr(acac)₃; para a determinação da proporção em massa no produto, uma quantidade definida de dimetil

sulfona foi adicionada como padrão interno e as razões molares dos produtos são usadas para calcular a proporção em massa.

[0034] Exemplo Comparativo 1: 3-octanoiltio-1-propiltriétoxissilano, NXT Silano da Momentive Performance Materials.

[0035] Exemplo Comparativo 2: bistriétoxissililooctano da ABCR GmbH.

[0036] Exemplo Comparativo 3: bis(triétoxissililpropil) dissulfeto da Evonik Industries AG.

[0037] Exemplo Comparativo 4: 1-cloro-6-tiopropiltriétoxissilil-hexano

[0038] NaOEt (21 % em EtOH; 1562 g; 4,820 mol) foi dosado em mercaptopropiltriétoxissilano (1233 g; 5,170 mol) durante 1 h com agitação em temperatura ambiente. Após a conclusão da adição, a mistura da reação foi aquecida em refluxo por 2 h e, então, deixada para resfriar para temperatura ambiente. O intermediário formado foi dosado em 1,6-dicloro-hexano (4828 g; 31,14 mol) que foi aquecido para 80 °C durante 30 min. Após a conclusão da adição, a mistura da reação foi aquecida em refluxo por 3 h, antes de ser deixada para resfriar para temperatura ambiente. A mistura da reação foi filtrada e a torta filtrante foi enxaguada com EtOH. Os constituintes voláteis foram removidos sob pressão reduzida e o intermediário de 1-cloro-6-tiopropiltriétoxissilil-hexano (rendimento: 89 %, razão molar: 97 % de 1-cloro-6-tiopropiltriétoxissilil-hexano, 3 % de bis(triopropiltriétoxissilil)hexano; % em peso: 95 % em peso de 1-cloro-6-tiopropiltriétoxissilil-hexano, 5 % em peso de 1,6-

bis(tiopropiltriétoxissilil)hexano) foi obtido como um líquido incolor a marrom.

[0039] Exemplo Comparativo 5: 6-Bis(tiopropiltriétoxissilil-hexil) dissulfeto

[0040] 6-Bis(tiopropiltriétoxissilil-hexil) dissulfeto foi preparado de acordo com o Exemplo de Síntese 1 e Exemplo 1 do documento EP 1375504.

[0041] Em oposição ao Exemplo de Síntese 1 do documento EP1375504, o intermediário não foi destilado.

[0042] Análise: (Rendimento: 88 %, razão molar: silano da fórmula I: 94 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}_2(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e silano da fórmula II: 6 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$, % em peso: silano da fórmula I: 95 % em peso de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}_2(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e silano da fórmula II: 5 % em peso de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$)

[0043] Exemplo Comparativo 6: S-(6-((3-(triétoxissilil)propil)tio)hexil) tioacetato

[0044] Na_2CO_3 (59,78 g; 0,564 mol) e uma solução aquosa de NaSH (40 % em água; 79,04 g; 0,564 mol) foram carregadas inicialmente, juntamente com água (97,52 g). Em seguida, foi adicionado brometo de tetrabutílfosfônio (TBPB) (50 % em água; 3,190 g; 0,005 mol) e cloreto de acetila (40,58 g; 0,517 mol) foi adicionado gota a gota ao longo de 1 h, durante a qual a temperatura da reação foi mantida em 25-32 °C. No final da adição do cloreto de acetila, a mistura foi agitada à temperatura ambiente por 1 h. Em seguida, TBPB (50 % em água; 3,190 g; 0,005 mol) e 1-cloro-6-tiopropiltriétoxissilil-hexano (do Exemplo Comparativo 4;

167,8 g; 0,470 mol) foram adicionados e a mistura foi aquecida em refluxo por 3-5 h. O progresso da reação foi monitorado por cromatografia gasosa. Após o 1-cloro-6-tiopropiltriétoxissilil-hexano ter reagido >96 %, foi adicionada água até todos os sais se dissolverem e as fases se separarem. Os constituintes voláteis da fase orgânica foram removidos sob pressão reduzida e S-(6-((3-(triétoxissilil)propil)tio)hexil) tioacetato (rendimento: 90 %, razão molar: 97 % de S-(6-((3-(triétoxissilil)propil)tio)hexil) tioacetato, 3 % de bis(tiopropiltriétoxissilil)hexano; % em peso: 96 % em peso de S-(6-((3-(triétoxissilil)propil)tio)hexil) tioacetato, 4 % em peso de 1,6-bis(tiopropiltriétoxissilil)hexano) foi obtido como um líquido amarelo a marrom.

[0045] Exemplo Comparativo 7: S-(6-((3-(triétoxissilil)propil)tio)hexil) tio-octanoato

[0046] Na₂CO₃ (220,2 g; 2,077 mol) e uma solução aquosa de NaSH (40 % em água; 291,2 g; 2,077 mol) foram carregadas inicialmente, juntamente com água (339,2 g). Em seguida, foi adicionado brometo de tetrabutilamônio (TBAB) (50 % em água; 10,96 g; 0,017 mol) e cloreto de octanoíla (307,2 g; 1,889 mol) foi adicionado gota a gota ao longo de 2,5 h, durante a qual a temperatura da reação foi mantida em 24-28 °C. No final da adição do cloreto de octanoíla, a mistura foi agitada à temperatura ambiente por 1 h. Em seguida, TBAB (50 % em água; 32,88 g; 0,051 mol) e 1-cloro-6-tiopropiltriétoxissilil-hexano (do Exemplo Comparativo 4; 606,9 g; 1,700 mol) foram adicionados e a mistura foi aquecida em refluxo por 10 h. Em seguida, foi adicionada água até todos os sais se dissolverem e as fases se

separarem. Os constituintes voláteis da fase orgânica foram removidos sob pressão reduzida e S-(6-((3-(trietoxissilil)propil)tio)hexil) tio-octanoato (rendimento: 95 %, razão molar: 97 % de S-(6-((3-(trietoxissilil)propil)tio)hexil) tio-octanoato, 3 % de bis(tiopropiltriétoxissilil)hexano; % em peso: 96 % em peso de S-(6-((3-(trietoxissilil)propil)tio)hexil) tio-octanoato, 4 % em peso de 1,6-bis(tiopropiltriétoxissilil)hexano) foi obtido como um líquido amarelo a marrom.

[0047] Exemplo Comparativo 8: S-(6-((3-(trietoxissilil)propil)tio)hexil) tio-octadecanoato

[0048] S-(6-((3-(trietoxissilil)propil)tio)hexil) tio-octadecanoato foi preparado a partir de 1-cloro-6-tiopropiltriétoxissilil-hexano (do Exemplo Comparativo 4), de acordo com os Exemplos de Síntese 1 e 3 do documento JP2012149189.

[0049] S-(6-((3-(trietoxissilil)propil)tio)hexil) tio-octadecanoato (rendimento: 89 %, razão molar: 97 % de S-(6-((3-(trietoxissilil)propil)tio)hexil) tio-octadecanoato, 3 % de bis(tiopropiltriétoxissilil)hexano; % em peso: 97 % em peso de S-(6-((3-(trietoxissilil)propil)tio)hexil) tio-octadecanoato, 3 % em peso de 1,6-bis(tiopropiltriétoxissilil)hexano) foi obtido como um líquido amarelo a marrom.

[0050] Exemplo Comparativo 9: bis(trietoxissililpropil) sulfeto

[0051] A uma solução de cloropropiltriétoxissilano (361 g; 1,5 mol; 1,92 eq) em etanol (360 ml) foi adicionado Na₂S (61,5 g; 0,78 mol; 1,00 eq) em porções em uma taxa tal a

não exceder 60 °C. A conclusão da adição foi seguida pelo aquecimento em refluxo por 3 h, antes de deixar resfriar para temperatura ambiente. O produto de reação foi liberado de sais precipitados por meio de filtração. Por purificação destilativa (0,04 mbar; 110 °C), foi possível obter o produto (rendimento: 73 %, pureza: > 99 % por ¹³C RMN) como um líquido transparente.

[0052] Exemplo Comparativo 10: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 1 juntamente com 1,65 partes em peso do Exemplo Comparativo 2 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 83 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 17 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_8\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0053] Exemplo Comparativo 11: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 1 juntamente com 2,47 partes em peso do Exemplo Comparativo 2 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 77 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 23 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_8\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0054] Exemplo Comparativo 12: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 3 juntamente com 2,65 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 71 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 29 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0055] Exemplo Comparativo 13: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 3 juntamente com 3,65 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 64 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 36 % de

$(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0056] Exemplo Comparativo 14: 6,30 partes em peso do Exemplo Comparativo 1 juntamente com 2,53 partes em peso do Exemplo Comparativo 2 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 75 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 25 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_8\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0057] Exemplo Comparativo 15: 4,20 partes em peso do Exemplo Comparativo 1 juntamente com 3,79 partes em peso do Exemplo Comparativo 2 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 57 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 43 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_8\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0058] Exemplo Comparativo 16: 2,10 partes em peso do Exemplo Comparativo 1 juntamente com 5,06 partes em peso do Exemplo Comparativo 2 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 33 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 67 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_8\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0059] Exemplo Comparativo 17: 4,10 partes em peso do Exemplo Comparativo 3 juntamente com 2,44 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 61 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 39 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0060] Exemplo Comparativo 18: 2,74 partes em peso do Exemplo Comparativo 3 juntamente com 3,65 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 41 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 59 % de

$(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0061] Exemplo 1: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 1 juntamente com 1,66 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 83 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 17 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0062] Exemplo 2: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 1 juntamente com 2,49 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 77 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 23 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0063] Exemplo 3: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 5 juntamente com 1,71 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 66 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}_2(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 34 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0064] Exemplo 4: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 5 juntamente com 2,57 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 58 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}_2(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 42 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0065] Exemplo 5: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 6 juntamente com 1,53 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 80 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCOCH}_3$ e 20 % de

$(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0066] Exemplo 6: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 6 juntamente com 2,29 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 74 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCOCH}_3$ e 26 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0067] Exemplo 7: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 7 juntamente com 1,26 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 80 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 20 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0068] Exemplo 8: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 7 juntamente com 1,89 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 74 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 26 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0069] Exemplo 9: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 8 juntamente com 0,98 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 80 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3$ e 20 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0070] Exemplo 10: 6,84 partes em peso do Exemplo Comparativo 8 juntamente com 1,46 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 74 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3$ e 26 % de

$(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0071] Exemplo 11: 8,40 partes em peso do Exemplo Comparativo 1 juntamente com 1,28 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 89 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 11 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0072] Exemplo 12: 6,30 partes em peso do Exemplo Comparativo 1 juntamente com 2,55 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 75 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 25 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0073] Exemplo 13: 4,20 partes em peso do Exemplo Comparativo 1 juntamente com 3,83 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 57 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 43 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0074] Exemplo 14: 2,10 partes em peso do Exemplo Comparativo 1 juntamente com 5,10 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 33 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 67 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0075] Exemplo 15: 8,15 partes em peso do Exemplo Comparativo 5 juntamente com 1,28 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 74 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}_2(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 26 % de

$(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0076] Exemplo 16: 6,11 partes em peso do Exemplo Comparativo 5 juntamente com 2,55 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 56 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}_2(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 44 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0077] Exemplo 17: 4,08 partes em peso do Exemplo Comparativo 5 juntamente com 3,83 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 38 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}_2(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 62 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0078] Exemplo 18: 9,14 partes em peso do Exemplo Comparativo 5 juntamente com 1,28 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 76 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}_2(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 24 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0079] Exemplo 19: 6,86 partes em peso do Exemplo Comparativo 5 juntamente com 2,55 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 59 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}_2(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 41 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0080] Exemplo 20: 4,57 partes em peso do Exemplo Comparativo 5 juntamente com 3,83 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 40 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{S}_2(\text{CH}_2)_6\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$ e 60 % de

$(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0081] Exemplo 21: 11,08 partes em peso do Exemplo Comparativo 7 juntamente com 1,28 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 85 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 15 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0082] Exemplo 22: 8,31 partes em peso do Exemplo Comparativo 7 juntamente com 2,55 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 72 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 28 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0083] Exemplo 23: 5,54 partes em peso do Exemplo Comparativo 7 juntamente com 3,83 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 55 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 45 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0084] Exemplo 24: 2,77 partes em peso do Exemplo Comparativo 7 juntamente com 5,10 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 32 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{SCO}(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$ e 68 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0085] Exemplo 25: 14,32 partes em peso do Exemplo Comparativo 8 juntamente com 1,28 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 85 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{SCO}(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3$ e 15 % de

$(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0086] Exemplo 26: 10,74 partes em peso do Exemplo Comparativo 8 juntamente com 2,55 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 72 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{SCO}(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3$ e 28 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0087] Exemplo 27: 7,16 partes em peso do Exemplo Comparativo 8 juntamente com 3,83 partes em peso do Exemplo Comparativo 9 foram pesadas em uma bolsa de PE plana e misturadas. Essa mistura corresponde a uma razão molar: 55 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_6\text{SCO}(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_3$ e 45 % de $(\text{EtO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{S}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OEt})_3$.

[0088] Exemplo 28: Testes de borracha

[0089] A formulação usada para as misturas de borracha é especificada na Tabela 1 abaixo. A unidade phr significa partes em peso com base em 100 partes da borracha bruta usada. Todas as misturas de silano contêm uma quantidade idêntica de phr de silano que reage com a borracha durante a vulcanização. O segundo silano é adicionado adicionalmente.

Tabela 1:

	Mistura 1 / phr	Mistura 2 / phr	Mistura 3 / phr	Mistura 4 / phr	Mistura 5 / phr Inv.	Mistura 6 / phr Inv.	Mistura 7 / phr Inv.	Mistura 8 / phr Inv.	Mistura 9 / phr Inv.	Mistura 10 / phr Inv.	Mistura 11 / phr Inv.	Mistura 12 / phr Inv.	Mistura 13 / phr Inv.	Mistura 14 / phr Inv.
1º estágio														
NR ^{a)}	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
BR ^{b)}	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0
S-SBR ^{c)}	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0
Sílica ^{d)}	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0
Óleo de TDAE ^{e)}	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0
6PPD ^{f)}	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Cera antiozonante	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Óxido de zinco	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Ácido esteárico	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Ex. Comp. 10	8,49													
Ex. Comp. 11		9,31												
Ex. Comp. 12			9,49											
Ex. Comp. 13				10,49										

	Mistura / phr	Mistura 1 2 / phr	Mistura 3 / phr	Mistura 4 / phr	Mistura 5 / phr Inv.	Mistura 6 / phr Inv.	Mistura 7 / phr Inv.	Mistura 8 / phr Inv.	Mistura 9 / phr Inv.	Mistura 10 / phr Inv.	Mistura 11 / phr Inv.	Mistura 12 / phr Inv.	Mistura 13 / phr Inv.	Mistura 14 / phr Inv.
Exemplo 1					8,50									
Exemplo 2						9,33								
Exemplo 3							8,55							
Exemplo 4								9,41						
Exemplo 5									8,37					
Exemplo 6										9,13				
Exemplo 7											8,10			
Exemplo 8												8,73		
Exemplo 9													7,82	
Exemplo 10														8,30
2º estágio														
Batelada de Estágio 1														
3º estágio														
Batelada de Estágio 2														
DFG ¹⁾	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
CBS ¹⁾	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Enxofre ¹⁾	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0

Substâncias usadas:**[0090]**

- a) NR TSR: borracha natural (TSR = borracha tecnicamente especificada).
- b) Europrene Neocis BR 40, da Polimeri.
- c) S-SBR: Sprintan® SLR-4601, da Trinseo.
- d) Sílica: ULTRASIL® VN 3 GR da Evonik Industries AG (sílica precipitada, área superficial BET = 175 m²/g).
- e) óleo de TDAE: TDAE = extrato aromático de destilado tratado.
- f) 6PPD: *N*-(1,3-dimetilbutil)-*N'*-fenil-*p*-fenilenodiamina (6PPD).
- g) DPG: *N,N'*-difenilguanidina (DPG).
- h) CBS: *N*-ciclo-hexil-2-benzotiazolsulfenamida.
- i) Enxofre: enxofre moído.

[0091] A mistura foi produzida por processos habituais na indústria da borracha em três estágios em um misturador laboratorial de capacidade de 300 mililitros a 3 litros, misturando-se, primeiro, no primeiro estágio de mistura (estágio de mistura de base), todos os constituintes com exceção do sistema de vulcanização (enxofre e substâncias que influenciam a vulcanização) a 145 a 165 °C, temperaturas alvo de 152 a 157 °C, por 200 a 600 segundos. No segundo estágio, a mistura do estágio 1 foi completamente misturada mais uma vez, realizando o que é chamado de uma remoagem. A adição do sistema de vulcanização no terceiro estágio (estágio de mistura pronta) produziu a mistura acabada, com mistura a 90 a 120 °C por 180 a 300 segundos. Todas as misturas foram usadas para produzir espécimes de teste por meio de

vulcanização sob pressão a 160 °C-170 °C após t95-t100 (medida em um reômetro de disco móvel de acordo com a norma ASTM D 5289-12/ISO 6502).

[0092] O processo geral para produzir misturas de borracha e vulcanizar as mesmas é descrito em "Rubber Technology Handbook", W. Hofmann, Hanser Verlag, 1994.

[0093] O teste de borracha foi realizado de acordo com os métodos de teste especificados na Tabela 2. Os resultados do teste da borracha são relatados na Tabela 3.

Tabela 2:

Teste físico	Padrão/condições
Propriedades viscoelásticas do vulcanizado a 70 °C, 1,0 Hz Efeito Payne do módulo de armazenamento dinâmico $G'(1\%) - (G'100\%) / \text{kPa}$	RPA ("rubber process analyser" [analisador do processo de borracha]) de acordo com a norma ASTM D6601 da segunda varredura de deformação
Propriedades viscoelásticas do vulcanizado a 55 °C Efeito Payne do módulo de armazenamento dinâmico $E'(0,15\%) - E'(8\%) / \text{MPa}$	a partir da medição dinâmico-mecânica de acordo com a norma DIN 53 513, medida em uma varredura de deformação a 0,15 % e 8 % de alongamento
Teste de tração de haste a 23 °C	De acordo com a norma DIN 53 504
Densidade de energia de fratura / J/cm^3	a densidade de energia de fratura corresponde ao trabalho necessário antes da fratura, com base no volume da amostra

Tabela 3:

	Mistura 1	Mistura 2	Mistura 3	Mistura 4
$E'(0,15\%) - E'(8,0\%) /$ MPa	7,7	7,6	6,4	7,2
$G'(1\%) - G'(100\%) /$ kPa	1089	1046	1096	1106
Densidade de energia de fratura / J/cm ³	25,0	23,6	26,7	23,4

	Mistura 5 Inv.	Mistura 6 Inv.	Mistura 7 Inv.	Mistura 8 Inv.	Mistura 9 Inv.
$E'(0,15\%) -$ $E'(8,0\%) /$ MPa	4,2	4,4	5,7		5,9
$G'(1\%) -$ $G'(100\%) /$ kPa	859	908	915	965	922
Densidade de energia de fratura / J/cm ³	29,7	32,6	31,8	27,6	39,9

	Mistura 10 Inv.	Mistura 11 Inv.	Mistura 12 Inv.	Mistura 13 Inv.	Mistura 14 Inv.
$E'(0,15\%) -$ $E'(8,0\%) /$ MPa	5,8	4,7	4,8	4,4	4,8
$G'(1\%) -$ $G'(100\%) /$ kPa	930	885	890	918	911
Densidade de energia de fratura / J/cm ³	33,9	39,1	37,0	38,9	39,6

[0094] Comparadas com as misturas comparativas, as

misturas inventivas apresentam um efeito Payne reduzido, como é evidente nas diferenças menores para o módulo de armazenamento dinâmico E' a partir da medição Eplexor e para a rigidez dinâmica G' a partir da medição RPA, o que resulta em uma característica de histerese aprimorada e resistência ao rolamento reduzida. Além disso, as misturas de silano de acordo com a invenção levam a vantagens nas propriedades de reforço como resultado de uma densidade de energia de fratura melhorada.

[0095] Exemplo 29: Testes de borracha

[0096] A formulação usada para as misturas de borracha é especificada na Tabela 4 abaixo. A unidade phr significa partes em peso com base em 100 partes da borracha bruta usada. Nas misturas de silano, parte do silano que reage com a borracha durante a vulcanização é substituída pelo segundo silano que não é reativo em relação à borracha.

Tabela 4:

	Mistura 15 / phr	Mistura 16 / phr	Mistura 17 / phr	Mistura 18 / phr	Mistura 19 / phr	Mistura 20 / phr Inv.	Mistura 21 / phr Inv.	Mistura 22 / phr Inv.	Mistura 23 / phr Inv.	Mistura 24 / phr Inv.	Mistura 25 / phr Inv.	Mistura 26 / phr Inv.
1º estágio												
NR ^{a)}	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
BR ^{b)}	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0	18,0
S-SBR ^{c)}	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0	72,0
Sílica ^{d)}	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0	95,0
Óleo de TDAE ^{e)}	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0
6PPD ^{f)}	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Cera antiozonante	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Óxido de zinco	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Ácido esteárico	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Ex. Comp. 14	8,83											
Ex. Comp. 15		7,99										
Ex. Comp. 16			7,16									
Ex. Comp. 17				6,54								

	Mistura 15 / phr	Mistura 16 / phr	Mistura 17 / phr	Mistura 18 / phr	Mistura 19 / phr	Mistura 20 / phr Inv.	Mistura 21 / phr Inv.	Mistura 22 / phr Inv.	Mistura 23 / phr Inv.	Mistura 24 / phr Inv.	Mistura 25 / phr Inv.	Mistura 26 / phr Inv.
Ex. Comp. 18					6,39	9,68						
Exemplo 11												
Exemplo 12						8,85						
Exemplo 13								8,03				
Exemplo 14									7,20			
Exemplo 15										9,43		
Exemplo 16											8,66	
Exemplo 17												7,91
2° estágio												
Batelada de Estágio 1												
3° estágio												
Batelada de Estágio 2												
DPG ^{g)}	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
CBS ^{h)}	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Enxofre ⁱ⁾	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0

Substâncias usadas:**[0097]**

- a) NR TSR: borracha natural (TSR = borracha tecnicamente especificada).
- b) Europrene Neocis BR 40, da Polimeri.
- c) S-SBR: Sprintan® SLR-4601, da Trinseo.
- d) Sílica: ULTRASIL® VN 3 GR da Evonik Industries AG (sílica precipitada, área superficial BET = 175 m²/g).
- e) óleo de TDAE: TDAE = extrato aromático de destilado tratado.
- f) 6PPD: *N*-(1,3-dimetilbutil)-*N'*-fenil-*p*-fenilenodiamina (6PPD).
- g) DPG: *N,N'*-difetilguanidina (DPG).
- h) CBS: *N*-ciclo-hexil-2-benzotiazolsulfenamida.
- i) Enxofre: enxofre moído.

[0098] A mistura foi produzida em processos habituais na indústria da borracha em três estágios em um misturador laboratorial de capacidade de 300 mililitros a 3 litros, misturando-se, primeiro, no primeiro estágio de mistura (estágio de mistura de base), todos os constituintes com exceção do sistema de vulcanização (enxofre e substâncias que influenciam a vulcanização) a 145 a 165 °C, temperaturas-alvo de 152 a 157 °C, por 200 a 600 segundos. No segundo estágio, a mistura do estágio 1 foi completamente misturada mais uma vez, realizando o que é chamado de uma remoagem. A adição do sistema de vulcanização no terceiro estágio (estágio de mistura pronta) produziu a mistura acabada, com mistura a 90 a 120 °C por 180 a 300 segundos. Todas as misturas foram usadas para produzir espécimes de teste por meio de

vulcanização sob pressão a 160 °C-170 °C após t₉₅-t₁₀₀ (medida em um reômetro de disco móvel de acordo com a norma ASTM D 5289-12/ISO 6502).

[0099] O processo geral para produzir misturas de borracha e vulcanizar as mesmas é descrito em "Rubber Technology Handbook", W. Hofmann, Hanser Verlag, 1994.

[0100] O teste de borracha foi realizado de acordo com o método de teste especificado na Tabela 5. Os resultados do teste da borracha são relatados na Tabela 6.

Tabela 5:

Teste físico	Padrão/condições
Propriedades viscoelásticas do vulcanizado a 70 °C, 1,0 Hz	RPA ("rubber process analyser" [analisador do processo de borracha]) de acordo com a norma ASTM D6601 da segunda varredura de deformação (1 %-100 %)
Fator de perda tan δ a 10 % de deformação	

Tabela 6:

	Mistura 15	Mistura 16	Mistura 17	Mistura 18	Mistura 19
tan δ (10 %) RPA	0,214	0,221	0,223	0,183	0,187

	Mistura 20 Inv.	Mistura 21 Inv.	Mistura 22 Inv.	Mistura 23 Inv.	Mistura 24 Inv.
tan δ (10 %) RPA	0,152	0,152	0,149	0,172	0,160

	Mistura 25 Inv.	Mistura 26 Inv.	Mistura 27 Inv.	Mistura 28 Inv.	Mistura 29 Inv.
tan δ (10 %) RPA	0,161	0,165	0,159	0,161	0,169

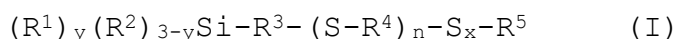
	Mistura 30 Inv.	Mistura 31 Inv.	Mistura 32 Inv.	Mistura 33 Inv.	Mistura 34 Inv.
tan δ (10 %) RPA	0,159	0,155	0,166	0,177	0,150

	Mistura 35 Inv.	Mistura 36 Inv.
tan δ (10 %) RPA	0,160	0,169

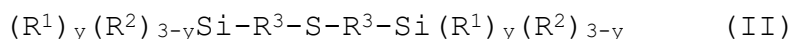
[0101] A troca parcial do silano reativo à borracha pelo segundo silano leva a uma resistência ao rolamento aprimorada (tan δ com 10 % de deformação medida a 70 °C) nas misturas de acordo com a invenção em comparação com as misturas comparativas.

REIVINDICAÇÕES

1. Mistura de silano **caracterizada por** compreender um silano da fórmula I



e um silano da fórmula II



em que R^1 são iguais ou diferentes e são grupos C_1-C_{10} -alcóxi, grupos fenóxi, grupos C_4-C_{10} -cicloalcóxi ou grupos alquil poliéter $-O-(R^6-O)_r-R^7$ em que R^6 são iguais ou diferentes e são um grupo hidrocarboneto C_1-C_{30} bivalente aromático/alifático misto ou aromático, alifático, saturado ou insaturado, ramificado ou não ramificado, r é um número inteiro de 1 a 30, e R^7 é um grupo monovalente alquila, alquenila, arila ou aralquila ramificado ou não ramificado, não substituído ou substituído,

R^2 são iguais ou diferentes e são grupos C_6-C_{20} -arila, grupos C_1-C_{10} -alquila, grupo C_2-C_{20} -alquenila, grupo C_7-C_{20} -aralquila ou halogênio,

R^3 são iguais ou diferentes e são um grupo hidrocarboneto C_1-C_{30} bivalente aromático/alifático misto ou aromático, alifático, saturado ou insaturado, ramificado ou não ramificado,

R^4 são iguais ou diferentes e são um grupo C_1-C_{30} hidrocarboneto bivalente aromático/alifático misto ou aromático, alifático, saturado ou insaturado, ramificado ou não ramificado,

x é um número inteiro de 1 a 10,

quando x é 1, R^5 é hidrogênio ou um grupo $-C(=O)-R^8$ com $R^8 =$ hidrogênio, um grupo C_1-C_{20} -alquila, grupo C_6-C_{20} -arila,

grupo C₂-C₂₀-alquenila ou um grupo C₇-C₂₀-aralquila e n é 0, 1, 2 ou 3,
 quando x é 2 a 10, R⁵ é -(R⁴-S)_n-R³-Si(R¹)_y(R²)_{3-y} e n é 1, 2 ou 3,
 e y são iguais ou diferentes e são 1, 2 ou 3,
 e a razão molar entre silano da fórmula I e silano da fórmula II é 20:80-90:10.

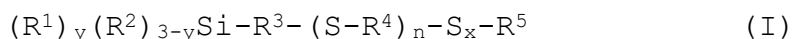
2. Mistura de silano, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo** fato de que n = 1.

3. Mistura de silano, de acordo com a reivindicação 2, **caracterizada pelo** fato de que o silano da fórmula I é

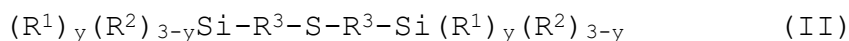
(EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₆-S₂-(CH₂)₆-S-(CH₂)₃-Si(OEt)₃,
 (EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₆-S-C(=O)-CH₃, (EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-
 (CH₂)₆-S-C(=O)-C₇H₁₅ ou (EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₆-S-C(=O)-C₁₇H₃₅
 e o silano da fórmula II é (EtO)₃Si-(CH₂)₃-S-(CH₂)₃-Si(OEt)₃.

4. Mistura de silano, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo** fato de que a razão molar entre silano da fórmula I e silano da fórmula II é 35:65-90:10.

5. Processo para preparar mistura de silano conforme definida na reivindicação 1 **caracterizado pelo** fato de que o silano da fórmula I



e um silano da fórmula II



em que R¹, R², R³, R⁴, R⁵, n, x e y têm a definição descrita acima

são misturados em uma razão molar de 15:85-90:10.

6. Processo para preparar mistura de silano, de acordo com a reivindicação 5, **caracterizado pelo** fato de que n = 1.

7. Processo para preparar mistura de silano, de acordo com a reivindicação 5, **caracterizado pelo** fato de que a razão molar entre silano da fórmula I e silano da fórmula II é 35:65-90:10.

8. Processo para preparar mistura de silano, de acordo com a reivindicação 5, **caracterizado pelo** fato de que o silano da fórmula I é $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}_2-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OEt})_3$, $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}_3$, $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_7\text{H}_{15}$ ou $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_6-\text{S}-\text{C}(=\text{O})-\text{C}_{17}\text{H}_{35}$ e o silano da fórmula II é $(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}(\text{OEt})_3$.