

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
23. April 2009 (23.04.2009)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
WO 2009/049943 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:  
B01D 15/08 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2008/060826

(22) Internationales Anmeldedatum:  
19. August 2008 (19.08.2008)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
102007048937.6 12. Oktober 2007 (12.10.2007) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme  
von US): EVONIK DEGUSSA GMBH [DE/DE];  
Rellinghauser Strasse 1-11, 45128 Essen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): MÜH, Ekkehard  
[DE/DE]; Feldbergstrasse 7, 79618 Rheinfelden (DE).  
RAULEDER, Hartwig [DE/DE]; Uhlandweg 51A,  
79618 Rheinfelden (DE). MACK, Helmut [DE/DE]; Am  
Holzberg 6, 83278 Traunstein (DE). MONKIEWICZ,  
Jaroslaw [PL/DE]; Burstelstr. 2a, 79618 Rheinfelden  
(DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: EVONIK DEGUSSA GMBH;  
Intellectual Property Management, PATENTE und  
MARKEN, Standort Marl, Paul-Baumann-Strasse 1,  
45764 Marl (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,  
AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY,  
BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO,  
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN,  
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ,  
LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK,  
MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG,  
PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM,  
ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ,  
VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,  
GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,  
ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,  
TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,  
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,  
MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF,  
BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN,  
TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

(54) Title: REMOVAL OF POLAR ORGANIC COMPOUNDS AND EXTRANEIOUS METALS FROM ORGANOSILANES

(54) Bezeichnung: ENTFERNUNG VON POLAREN ORGANISCHEN VERBINDUNGEN UND FREMDMETALLEN AUS  
ORGANOSILANEN

(57) Abstract: The invention relates to a process for treating a composition comprising organosilanes and at least one polar organic compound and/or at least one extraneous metal and/or a compound comprising an extraneous metal, where the composition is brought into contact with at least one adsorbent and the composition is then recovered with a reduced content of the organic polar compound and/or of the extraneous metal and/or of the compound comprising an extraneous metal, and to a corresponding composition in which the content of polar organic compounds and/or extraneous metals is reduced to traces, as well as to the use of organic resins, activated carbons, silicates and/or zeolites for reducing said compounds.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung einer Zusammensetzung, enthaltend Organosilane sowie mindestens eine polare organische Verbindung und/oder mindestens ein Fremdmetall und/oder eine Fremdmetall enthaltende Verbindung, wobei die Zusammensetzung mit mindestens einem Adsorptionsmittel in Kontakt gebracht wird und anschließendem Gewinnen der Zusammensetzung, in der der Gehalt der organischen polaren Verbindung und/oder des Fremdmetalls und/oder der Fremdmetall enthaltenden Verbindung vermindert ist sowie eine entsprechende Zusammensetzung in der der Gehalt an polaren organischen Verbindungen und/oder Fremdmetallen auf Spuren vermindert ist, als auch die Verwendung von organischen Harzen, Aktivkohlen, Silikaten und/oder Zeolithen zur Reduzierung der genannten Verbindungen.



WO 2009/049943 A1

## **Entfernung von polaren organischen Verbindungen und Fremdmetallen aus Organosilanen**

- Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung einer Zusammensetzung,  
5 enthaltend Organosilane sowie mindestens eine polare organische Verbindung  
und/oder mindestens ein Fremdmetall und/oder eine Fremdmetall enthaltende  
Verbindung, wobei die Zusammensetzung mit mindestens einem Adsorptionsmittel in  
Kontakt gebracht wird und anschließend Gewinn der Zusammensetzung, in der  
10 der Gehalt der organischen polaren Verbindung und/oder des Fremdmetalls  
und/oder der Fremdmetall enthaltenden Verbindung vermindert ist sowie eine  
entsprechende Zusammensetzung in der der Gehalt an polaren organischen  
Verbindungen und/oder Fremdmetallen auf Spuren vermindert ist, als auch die  
Verwendung von Adsorptionsmitteln zur Reduzierung der genannten Verbindungen.
- 15 Speziell bei Anwendung von organischen Silanen, wie Alkoxysilanen,  
Alkylalkoxysilanen, Alkenylalkoxysilanen, Alkynylalkoxysilanen, Arylalkoxysilanen  
oder auch organofunktionellen Silanen und Kieselsäureestern in der  
Nanotechnologie oder im Bereich der Mikroelektronik besteht ein Bedarf an  
höchstreinen Silanen, in denen die üblichen Verunreinigungen bis auf Spuren im  
20 Bereich der Nachweisgrenze vermindert sind. Denn selbst geringe Mengen an  
Verunreinigungen haben hier einen erheblichen Einfluss auf die Qualität der unter  
Verwendung der Silane hergestellten Produkte. Kommen Siliciumverbindungen in der  
Mikroelektronik zum Einsatz, wie beispielsweise bei der Abscheidung isolierender,  
dielektrischer Schichten in der Halbleiterindustrie, generieren selbst Spuren an  
25 Verunreinigungen mit polaren organischen Verbindungen und/oder Fremdmetalle bei  
diesen sensiblen Anwendungen erhebliche Probleme. Die genannten organischen  
Verunreinigungen stören zudem bei der Herstellung dieser Schichten über CVD oder  
Spin-on Prozesse und üben einen negativen Effekt auf die Schichtmorphologie aus.  
Sind Fremdmetalle in den Siliciumverbindungen enthalten, so führt dies zu  
30 unerwünschten Dotierungseffekten und setzt durch Migrationsprozesse die  
Lebenszeit elektrischer Bauteile herab.

Prozessbedingt kommt es bei der großtechnischen Herstellung von organischen Silanen zu einer Kontamination mit unerwünschten Fremdmetallen.

Häufig verbleiben bei der Herstellung organischer Silane auch polare organische Verunreinigungen, wie z. B. Alkohole nach Veresterungen im Produkt, die über  
5 übliche Destillationsschritte nicht abgetrennt werden können.

Aus der EP 0 684 245 A2 ist bekannt den Gehalt an Kohlenwasserstoffen in Halogensilanen durch Adsorption dieser an einem Adsorbens zu verringern und EP  
10 0 957 105 A2 offenbart die Verringerung von Resthalogengehalten und die Farbzahlverbesserung in Alkoxysilan oder Alkoxysilan basierten Zusammensetzungen durch eine Behandlung dieser mit Aktivkohle.

Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Reduktion  
15 von polaren organischen Verbindungen und/oder des Fremdmetallgehaltes als auch des Gehaltes einer Fremdmetall enthaltenden Verbindung in Organosilanen auf einfache und wirtschaftliche Weise zu ermöglichen. Ferner bestand die Aufgabe höchstreine Organosilane mit geringsten Gehalten an polaren organischen Verbindungen und/oder Fremdmetallen sowie Fremdmetall enthaltenden  
20 Verbindungen bereitzustellen.

Gelöst werden die Aufgaben entsprechend den Angaben in den Patentansprüchen.

Es wurde gefunden, dass durch Behandlung einer Zusammensetzung umfassend  
25 Organosilane, polare organische Verbindungen, Fremdmetalle und/oder Fremdmetall enthaltende Verbindungen mit einem Adsorptionsmittel durch in Kontaktbringen mit diesem und nachfolgendem Gewinnen der Zusammensetzung, der Gehalt der organischen polaren Verbindung, der Fremdmetalle und/oder der Fremdmetall enthaltenden Verbindungen erheblich vermindert ist, insbesondere, wenn die  
30 Zusammensetzung vor der Behandlung im Wesentlichen wasserfrei ist.

Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zur Behandlung einer Zusammensetzung, enthaltend Organosilane sowie mindestens eine polare organische Verbindung und/oder mindestens ein Fremdmetall und/oder eine Fremdmetall enthaltende Verbindung, wobei die Zusammensetzung, die insbesondere im Wesentlichen wasserfrei ist, mit mindestens einem Adsorptionsmittel in Kontakt gebracht wird und Gewinnen der Zusammensetzung, in der der Gehalt der organischen polaren Verbindung und/oder des Fremdmetalls und/oder der Fremdmetall enthaltenden Verbindung vermindert ist.

10 Dabei ist es von besonderem Vorteil, dass der Fremdmetallgehalt und/oder der Gehalt der Fremdmetall enthaltenden Verbindung, - in der Regel handelt es sich um einen Restgehalt an Fremdmetall oder Fremdmetall enthaltender Verbindung, der sich destillativ schlecht bzw. nicht weiter abtrennen lässt - insbesondere unabhängig voneinander, jeweils auf einen Gehalt im Bereich von unter 100 µg/kg, insbesondere unter 30 µg/kg, bevorzugt unter 15 µg/kg, besonders bevorzugt unter 10 µg/kg reduziert werden kann. Entsprechend ist es bevorzugt, wenn der Gehalt der polaren organischen Verbindung, die bevorzugt nur noch in geringer Konzentration, wie beispielsweise zwischen 0,1 und 0,015 Gew.-% in der Zusammensetzung enthalten ist, bis auf Spuren von unter 0,01 Gew.-% gesenkt werden kann.

20

Als polare organische Verbindungen im Sinne der Erfindung gelten organische Verbindungen mit einem permanenten Dipol, die auf einem Kohlenstoffgerüst basieren, und insbesondere kein Siliciumatom enthalten. Bevorzugte polare organische Verbindungen sind die bei der Herstellung von Alkoxysilanen verwendeten und/oder bei der Hydrolyse und Kondensation von Alkoxysilanen freigesetzten Alkohole, wie z. B. Methanol, Ethanol, Propanol und Butanol, aber auch übliche organische Lösungsmittel, die bei der Synthese der Organosilane eingesetzt werden, insbesondere lassen sich diese polaren organischen Verbindungen nicht weiter mit den, dem Fachmann geläufigen, üblichen Methoden vermindern.

30

Als Organosilane werden insbesondere Organosilane der allgemeinen Formel I angesehen. In der zu behandelnden Zusammensetzung liegt mindestens ein Organosilan, das der allgemeinen Formel I entspricht vor,



wobei  $0 \leq a \leq 3$ ,  $0 \leq b \leq 3$ ,  $0 \leq c \leq 3$  und  $a + b + c \leq 3$ ,  $R^1$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische sowie gegebenenfalls substituierte Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkoxy-,  
 10 Alkoxyalkyl-, Aryloxyalkyl-, Arylalkyl-, Aminoalkyl-, Halogenalkyl-, Polyether-, Polyetheralkyl-, Alkenyl-, Alkynyl-, Epoxyalkyl-, Ureidoalkyl-, Mercaptoalkyl-, Cyanoalkyl-, Isocyanatoalkyl-, Methacryloxyalkyl-, und/oder Acryloxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen ist, wobei  $R^2$   
 15 Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen,  $R^3$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen und/oder  $R^4$  eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl- und/oder Alkoxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 8 C-Atomen sind und/oder Mischungen dieser Organosilane.

20

Erfindungsgemäße Organosilane sind insbesondere Tetraalkoxysilane, Alkyltrialkoxysilane und/oder Dialkyldialkoxysilane, Trialkylalkoxysilane, wie Tetraethoxysilan, Tetramethoxysilan, Methyltriethoxysilan, Methyltrimethoxysilan, Dimethyldiethoxysilan, Dimethyldimethoxysilan, Trimethylmethoxysilan und/oder Trimethylethoxysilan.

25

Gemäß den bevorzugten Ausführungsformen ist für  $R^1$  die Aminoalkyl-Gruppe bevorzugt ausgewählt aus den aminopropylfunktionellen Gruppen der Formeln -  
 $(\text{CH}_2)_3\text{-NH}_2$ ,  $(\text{CH}_2)_3\text{-NHR}'$ ,  $(\text{CH}_2)_3\text{-NH}(\text{CH}_2)_2\text{-NH}_2$  oder  
 $(\text{CH}_2)_3\text{-NH}(\text{CH}_2)_2\text{-NH}(\text{CH}_2)_2\text{-NH}_2$ , worin  $R'$  eine lineare, verzweigte oder cyclische

30

Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen ist,

die Polyether-Gruppe bzw. Polyetheralkyl-Gruppe entspricht bevorzugt einer der Formeln  $R'-(O-CH_2-CH_2)_nO-(CH_2)_3-$ ,  $R'-(O-CH_2-CH_2-CH_2)_nO-(CH_2)_3-$ ,  $R'-(O-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2)_nO-(CH_2)_3-$ ,  $R'-(O-CH_2-CH_2)_nO-$ ,  $R'-(O-CH_2-CH_2-CH_2)_nO-$ ,  $R'-(O-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2)_nO-$ ,  $R'O[-CH_2-CH(CH_3)-O]_n-(CH_2)_3-$  oder  $R'O[-CH_2-CH(CH_3)-O]_n-$  mit einer Kettenlänge  $n$  gleich 1 bis 30, insbesondere 1 bis 14, wobei  $R'$  bevorzugt für H oder eine lineare, verzweigte oder cyclische Alkylgruppe mit 1 bis 6 C-Atomen steht, insbesondere Methyl, Ethyl, i-Propyl oder n-Propyl, die Methacryloxyalkyl- bzw. die Acryloxyalkyl-Gruppen entsprechen bevorzugt einer 3-Methacryloxypropyl-Gruppe und/oder einer 3-Acryloxypropyl-Gruppe, die Alkoxy-Gruppe ist bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe Methoxy-, Ethoxy-, n-Propoxy- und/oder iso-Propoxy-Gruppe, die Alkenyl-Gruppe ist bevorzugt eine Vinyl-, Isoprenyl oder eine Allyl-Gruppe, die Epoxy-Gruppe entspricht bevorzugt einer 3-Glycidyloxypropyl- oder 2-(3,4-Epoxy-cyclohexyl)-ethyl-Gruppe, die Halogenalkyl-Gruppe entspricht bevorzugt einer Fluoralkyl-Gruppe mit einem Rest  $R^{8*}-Y_m-(CH_2)_s-$ , wobei  $R^{8*}$  einem mono-, oligo- oder perfluorierten Alkyl-Rest mit 1 bis 9 C-Atomen oder einem mono-, oligo- oder perfluorierten Aryl-Rest, wobei ferner  $Y$  einem  $CH_2-$ ,  $O-$ , Aryl- oder S-Rest entspricht und  $m = 0$  oder  $1$  und  $s = 0$  oder  $2$  ist. Gemäß einer Ausführungsform entspricht  $R^1$  einer  $F_3C(CF_2)_r(CH_2)_s-$ -Gruppe, wobei  $r$  eine ganze Zahl von 0 bis 9 darstellt,  $s$  gleich 0 oder 2 ist, bevorzugt ist  $r$  gleich 5 und  $s$  gleich 2, besonders bevorzugte Gruppen sind die  $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2-$  oder  $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2-$  oder  $CF_3(C_6H_4)-$  oder  $C_6F_5-$ -Gruppen.

In der bevorzugten Ausführungsform entsprechen  $R^2$  und/oder  $R^3$  Wasserstoff oder einer linearen oder verzweigten Alkyl-Gruppe mit 1 bis 8 C-Atomen, insbesondere einer Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, iso-Propyl- oder n-Octyl-Gruppe oder einer Aryl-Gruppe mit 6 C-Atomen und  $R^4$  einer Methyl-, Ethyl-, n-Propyl- oder iso-Propyl-Gruppe, wobei insgesamt tetraalkoxy-, trialkoxy- und/oder dialkoxysubstituierte Silane bevorzugt sind.

Erfindungsgemäß sind die Zusammensetzungen zudem im Wesentlichen wasserfrei. Als wasserfrei gilt eine erfindungsgemäße Zusammensetzung, wenn der Gehalt an Wasser nach Karl Fischer < 10 ppm, insbesondere < 5 ppm, beträgt.

- 5 Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform umfasst die zu behandelnde Zusammensetzung Organosilane, die oligomeren oder polymeren Organosiloxanen entsprechen, die aus der wenigstens teilweisen Hydrolyse und Kondensation von Organosilanen der allgemeinen Formel I erhalten werden,

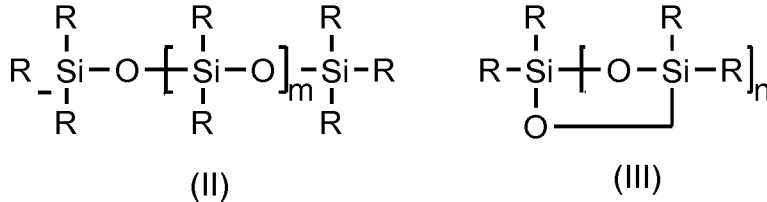


- wobei  $0 \leq a \leq 3$ ,  $0 \leq b \leq 3$ ,  $0 \leq c \leq 3$  und  $a + b + c \leq 3$ ,  $R^1$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische, gegebenenfalls substituierte Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkoxy-, Alkoxyalkyl-,  
 15 Aryloxyalkyl-, Arylalkyl-, Aminoalkyl-, Halogenalkyl-, Polyether-, Polyetheralkyl-, Alkenyl-, Alkynyl-, Epoxyalkyl-, Ureidoalkyl-, Mercaptoalkyl-, Cyanoalkyl-, Isocyanatoalkyl-, Methacryloxyalkyl-, und/oder Acryloxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen ist, wobei  $R^2$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen  
 20 und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen,  $R^3$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen und/oder  $R^4$  eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl- und/oder Alkoxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 8 C-Atomen sind und/oder Mischungen dieser Organosilane. Als oligomere Organosiloxane gelten alle Siloxane  
 25 mit mindesten zwei Si-Atomen je Siloxaneinheit.

- Dabei sind die folgenden Substitutionsmuster für  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$  und  $R^4$  besonders bevorzugt. Gemäß den bevorzugten Ausführungsformen ist für  $R^1$  die Aminoalkyl-Gruppe ausgewählt aus den aminopropylfunktionellen Gruppen der Formeln  $-(CH_2)_3-$   
 30  $NH_2$ ,  $-(CH_2)_3-NHR'$ ,  $-(CH_2)_3-NH(CH_2)_2-NH_2$  oder  $-(CH_2)_3-NH(CH_2)_2-NH(CH_2)_2-NH_2$ ,

worin R' eine lineare, verzweigte oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen ist, die Polyether- bzw. Polyetheralkyl-Gruppe entspricht bevorzugt einer der Formeln R'-(O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>O-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-, R'-(O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>O-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-, R'-(O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>O-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-, R'-(O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>O-, R'-(O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>O-, R'-(O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>O-, R'O[-CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-O]<sub>n</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>- oder R'O[-CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-O]<sub>n</sub>- mit einer Kettenlänge n gleich 1 bis 30, insbesondere 1 bis 14, wobei R' bevorzugt für H oder eine lineare, verzweigte oder cyclische Alkylgruppe mit 1 bis 6 C-Atomen steht, insbesondere Methyl, Ethyl, i-Propyl oder n-Propyl, die Methacryloxyalkyl- bzw. die Acryloxyalkyl-Gruppen entsprechen bevorzugt einer 3-Methacryloxypropyl-Gruppe und/oder einer 3-Acryloxypropyl-Gruppe, die Alkoxy-Gruppe ist bevorzugt ausgewählt aus den Gruppen Methoxy, Ethoxy, n-Propoxy und/oder iso-Propoxy, die Alkenyl-Gruppe ist bevorzugt eine Vinyl-, Isoprenyl oder eine Allyl-Gruppe, die Epoxy-Gruppe entspricht bevorzugt einer 3-Glycidylxypropyl- oder 2-(3,4-Epoxy-cyclohexyl)-ethyl-Gruppe, die Halogenalkyl-Gruppe entspricht bevorzugt einer Fluoralkyl-Gruppe mit einem Rest R<sup>8\*</sup>-Y<sub>m</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>s</sub>-, wobei R<sup>8\*</sup> einem mono-, oligo- oder perfluorierten Alkyl-Rest mit 1 bis 9 C-Atomen oder einem mono-, oligo- oder perfluorierten Aryl-Rest, wobei ferner Y einem CH<sub>2</sub>-, O-, Aryl- oder S-Rest entspricht und m = 0 oder 1 und s = 0 oder 2 ist. Gemäß einer Ausführungsform entspricht R<sup>1</sup> einer F<sub>3</sub>C(CF<sub>2</sub>)<sub>r</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>s</sub>-Gruppe, wobei r eine ganze Zahl von 0 bis 9 darstellt, s gleich 0 oder 2 ist, bevorzugt ist r gleich 5 und s gleich 2, besonders bevorzugte Gruppen sind die CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>5</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>- oder CF<sub>3</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>7</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>- oder CF<sub>3</sub>(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)- oder eine C<sub>6</sub>F<sub>5</sub>-Gruppen.

Die oligomeren oder polymeren Organosiloxane umfassen insbesondere kettenförmige, cyclische, vernetzte und/oder raumvernetzte Strukturelemente, wobei die kettenförmigen und cyclischen Strukturelemente in idealisierter Form den allgemeinen Formeln II und III entsprechen



und, wobei in den vernetzten und/oder raumvernetzten Strukturelementen – die nicht in idealisierter Form dargestellt wurden - die Substituenten R, wie auch die Substituenten R der idealisiert dargestellten Strukturelemente gemäß der Formel II und/oder III unabhängig voneinander aus den organischen Resten R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und/oder R<sup>3</sup> und/oder aus Hydroxygruppen bestehen. In der Regel kann der Oligomerisierungsgrad im Bereich von 2 bis 30 liegen, wobei der Oligomerisierungs- oder Polymerisationsgrad aber auch höher liegen kann. Der Oligomerisierungs- oder Polymerisationsgrad der Organosilane entspricht der Anzahl der Si-Einheiten pro Molekül.

Die Zusammensetzung jedes oligomeren oder polymeren Organosilans ergibt sich unter Berücksichtigung der Tatsache, dass jedes Sauerstoffatom einer monomeren Silan-Einheit der allgemeinen Formel (I) als Brückenbildner zwischen zwei Siliciumatomen fungieren kann. Somit bestimmt sich über die Anzahl der möglichen verfügbaren Sauerstoffatome jedes Silans der allgemeinen Formel (I) auch die Funktionalität jeder einzelnen Siloxaneinheit im Organosilan; die monomeren Organosilane der allgemeinen Formel (I) können somit mono-, di-, tri- oder tetrafunktionell vorliegen.

Die zum Aufbau von oligomeren und/oder polymeren Organosilanen mit kettenförmigen, cyclischen, vernetzten und/oder raumvernetzten Strukturelementen vorhandenen Baueinheiten umfassen demgemäß das monofunktionelle (R)<sub>3</sub>-Si-O- mit der Bezeichnungsweise M, das difunktionelle -O-Si(R)<sub>2</sub>-O- mit der Bezeichnungsweise D, das trifunktionelle (-O)<sub>3</sub>SiR, dem das Symbol T zugeordnet

wurde und das tetrafunktionelle  $\text{Si}(-\text{O})_4$  mit dem Symbol Q. Die Bezeichnungsweise der Baueinheiten erfolgt gemäß ihrer Funktionalität mit den Symbolen M, D, T und Q.

Als Fremdmetalle und/oder Fremdmetall enthaltende Verbindungen werden jene  
5 angesehen, bei denen das Metall nicht Silicium entspricht. Die Adsorption des  
mindestens einen Fremdmetalls und/oder mindestens eine Fremdmetall  
enthaltenden Verbindung erfolgt insbesondere selektiv aus der Organosilane  
enthaltenden Zusammensetzung, dabei kann die Adsorption sowohl in Lösung als  
auch in der Gasphase erfolgen. Als Fremdmetalle oder Fremdmetall enthaltende  
10 Verbindungen werden auch Halbmetalle oder Halbmetalle enthaltende Verbindungen  
verstanden, wie beispielsweise Bor, Bortrichlorid und Borsäureester, wie  $\text{B}(\text{OMe})_3$   
oder  $\text{B}(\text{OEt})_3$ .

Beispielsweise kann es sich bei den zu vermindernden Fremdmetallen und/oder  
15 Fremdmetall enthaltenden Verbindungen um Metallhalogenide, Metallhydrogen-  
halogenide, Metallalkoxide, Metallester und/oder Metallhydride sowie Mischungen  
dieser Verbindungen handeln. Aber auch die mit organischen Resten, wie Alkyl- oder  
Aryl-Gruppen, funktionalisierten Metallhalogenide, Metallhydrogenhalogenide oder  
Metallhydride können mit sehr guten Ergebnissen aus Organosilanen entfernt  
20 werden. Gleichfalls können beispielsweise in kontinuierlich ablaufenden Prozessen  
mitgeschleppte partikuläre Metalle die Zusammensetzung kontaminieren. Bevorzugt  
können die Gehalte an Bor, Aluminium, Kalium, Lithium, Natrium, Magnesium,  
Calcium und/oder Eisen reduziert werden, insbesondere werden auf diesen Metallen  
basierende Verbindungen abgetrennt.

25

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich besonders für die Abtrennung bzw.  
Reduzierung von polaren organischen Verbindungen und/oder Fremdmetall  
enthaltenden Verbindungen deren Siedepunkt im Bereich des Siedepunktes eines  
Organosilans liegt oder mit diesem als Azeotrop übergehen würden. Diese polaren  
30 organischen Verbindungen und/oder Fremdmetall enthaltenden Verbindungen

können teilweise nur schwer bis überhaupt nicht destillativ abgetrennt werden. Als Siedepunkt, der im Bereich des Siedepunktes eines Organosilans liegt, wird ein Siedepunkt angesehen, der im Bereich von  $\pm 20$  °C des Siedepunktes eines der Organosilane bei Normaldruck (etwa 1013,25 hPa oder 1013,25 mbar) liegt.

5

Im Allgemeinen kann das Fremdmetall und/oder die Fremdmetall enthaltende Verbindung um 40,0 bis 99,8 Gew.-% vermindert werden. Insbesondere wird der Fremdmetallgehalt um 50 bis 90 Gew.-%, bevorzugt um 85 bis 95 Gew.-%, besonders bevorzugt um 95 bis 99,8 Gew.-% vermindert. Für Eisen enthaltende

10 Zusammensetzungen ermöglicht das Verfahren eine Reduktion des Restgehaltes um 85 bis 95 Gew.-%, besonders bevorzugt um 90 bis 99,8 Gew.-%. Im Allgemeinen kann beispielsweise der Aluminiumgehalt einer Zusammensetzung von anorganischen Silanen um 40 bis 99 Gew.-%, bevorzugt um 85 bis 99 Gew.-% und der Borgehalt um 95 bis 99,8 Gew.-% reduziert werden.

15

Der Fremdmetallgehalt und/oder der Gehalt der Fremdmetall enthaltenden Verbindung in einer Zusammensetzung kann bevorzugt in Bezug auf die metallische Verbindung, insbesondere unabhängig voneinander, jeweils auf einen Gehalt im Bereich von unter 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$  reduziert werden. Diese Zusammensetzung gilt im

20 Sinne der Erfindung als höchstrein. Insbesondere kann der Gehalt auf unter 30  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , bevorzugt unter 15  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , besonders bevorzugt unter 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  reduziert werden.

25

Als polare organische Verbindungen im Sinne der Erfindung gelten organische Verbindungen mit einem permanenten Dipol die auf einem Kohlenstoffgerüst basieren, insbesondere sind dies Alkohole, wie Ethanol, Methanol, Butanol, n-Propanol und/oder iso-Propanol. Erfindungsgemäß können diese polaren organischen Verbindungen bis auf einen Gehalt von unter 0,01 Gew.-% gesenkt

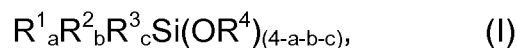
werden. Eine Zusammensetzung mit einem entsprechenden Gehalt an einer polaren organischen Verbindung gilt ebenfalls als höchstrein.

Zur Durchführung des Verfahrens können zweckmäßig sowohl anorganische als auch organische Adsorptionsmittel (synonym zu Adsorbentien) verwendet werden, die zudem hydrophil und/oder hydrophob sein können. Je nachdem, welche polare organische Verbindung und/oder Fremdmetalle oder Fremdmetall enthaltenden Verbindungen abzutrennen sind kann es zweckmäßig sein, dass ein Gemisch aus hydrophilen und hydrophoben Adsorptionsmitteln oder auch ein Adsorptionsmittel, das beide Funktionen aufweist eingesetzt wird. Ausgewählt sein können die Adsorptionsmittel aus der Gruppe der Aktivkohlen oder der Silikate, insbesondere aus Kieselgur oder Kieselerde, geeignet sind auch Zeolithe, organische Harze oder Silikate, wie pyrogene Kieselsäure und Fällungskieselsäure (Silicagel). Bevorzugte Adsorptionsmittel sind Aktivkohle, insbesondere Norit Aktivkohle SA+ (Norit Deutschland GmbH, Kieselgur Seitz Super (Pall Corporation), Kieselgur (0,2 – 0,5 mm Durchmesser, Süd-Chemie).

Im Allgemeinen wird die erfindungsgemäße Behandlung von Zusammensetzungen umfassend Organosilane derart durchgeführt, dass zunächst das Adsorptionsmittel erhitzt wird, um es sorgfältig zu trocknen und um gegebenenfalls adsorbierte flüchtige Verunreinigungen zu entfernen und eine maximale Beladung des Adsorptionsmittels zu ermöglichen. Anschließend wird das getrocknete Adsorptionsmittel unter Schutzgasatmosphäre mit der Zusammensetzung in Kontakt gebracht, gegebenenfalls wird gerührt. Geeigneterweise erfolgt die Behandlung bei Raumtemperatur und Normaldruck über mehrere Stunden. Vorteilhaft wird die Zusammensetzung zwischen 1 Minute bis zu 10 Stunden, insbesondere 2 Minuten bis 5 Stunden mit dem Adsorptionsmittel in Kontakt gebracht. Die Gewinnung oder Abtrennung der gereinigten Zusammensetzung erfolgt in der Regel durch Filtration, Zentrifugieren oder Sedimentation. Die Verfahrensführung kann je nach Bedarf diskontinuierlich oder kontinuierlich erfolgen. Die erhaltene Zusammensetzung,

basierend auf Organosilanen, weist einen, um 40 bis 99,8 Gew.-%, reduzierten Fremdmetallgehalt und/oder Gehalt an Fremdmetall enthaltender Verbindung auf. Ausgedrückt in µg/kg kann der Gehalt auf unter 100 µg/kg, insbesondere unter 30 µg/kg, bevorzugt unter 15 µg/kg, besonders bevorzugt unter 10 µg/kg reduziert werden. Der Gehalt der polaren organischen Verbindungen kann mit diesem Verfahren auf einen Gehalt von unter 0,01 Gew.-% gesenkt werden.

Gegenstand der Erfindung ist auch eine Zusammensetzung, insbesondere eine höchstreine, enthaltend mindestens ein Organosilan der allgemeinen Formel I und/oder Organosilane die oligomeren oder polymeren Organosiloxanen entsprechen, die aus der wenigstens teilweisen Hydrolyse und Kondensation von Organosilanen der allgemeinen Formel I erhalten werden,



15

wobei  $0 \leq a \leq 3$ ,  $0 \leq b \leq 3$ ,  $0 \leq c \leq 3$  und  $a + b + c \leq 3$ ,  $R^1$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische, gegebenenfalls substituierte Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkoxy-, Alkoxyalkyl-, Aryloxyalkyl-, Arylalkyl-, Aminoalkyl-, Halogenalkyl-, Polyether-, Polyetheralkyl-, Alkenyl-, Alkynyl-, Epoxyalkyl-, Ureidoalkyl-, Mercaptoalkyl-, Cyanoalkyl-, Isocyanoalkyl-, Methacryloxyalkyl-, und/oder Acryloxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen ist, wobei  $R^2$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen,  $R^3$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen und/oder  $R^4$  eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl- und/oder Alkoxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 8 C-Atomen ist und/oder Mischungen dieser Organosilane, deren Fremdmetallgehalt und/oder Gehalt der Fremdmetall enthaltenden Verbindung jeweils unter 100 µg/kg und/oder deren

25

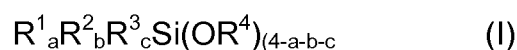
Restgehalt an organischen polaren Verbindungen unter 0,01 Gew.-% liegt. Erfindungsgemäß ist die polare organische Verbindung ein Alkohol, insbesondere Methanol, Ethanol, n-Propanol und/oder iso-Propanol. Bevorzugt liegt der Fremdmittelgehalt und/oder der Gehalt der Fremdmittel enthaltenden Verbindung unter 30 µg/kg, insbesondere unter 15 µg/kg und besonders bevorzugt unter 10 µg/kg. Ferner ist die erfindungsgemäße Zusammensetzung im Wesentlichen wasserfrei.

Dabei sind die folgenden Substitutionsmuster für  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$  und  $R^4$  besonders bevorzugt. Gemäß den bevorzugten Ausführungsformen ist für  $R^1$  die Aminoalkyl-Gruppe bevorzugt ausgewählt aus den aminopropylfunktionellen Gruppen der Formeln  $-(CH_2)_3-NH_2$ ,  $-(CH_2)_3-NHR'$ ,  $-(CH_2)_3-NH(CH_2)_2-NH_2$  oder  $-(CH_2)_3-NH(CH_2)_2-NH(CH_2)_2-NH_2$ , worin  $R'$  eine lineare, verzweigte oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen ist, die Polyether- bzw. Polyetheralkyl-Gruppe entspricht bevorzugt einer der Formeln  $R'-(O-CH_2-CH_2-)_nO-(CH_2)_3-$ ,  $R'-(O-CH_2-CH_2-CH_2-)_nO-(CH_2)_3-$ ,  $R'-(O-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2-)_nO-(CH_2)_3-$ ,  $R'-(O-CH_2-CH_2-)_nO-$ ,  $R'-(O-CH_2-CH_2-CH_2-)_nO-$ ,  $R'-(O-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2-)_nO-$ ,  $R'O[-CH_2-CH(CH_3)-O]_n-(CH_2)_3-$  oder  $R'O[-CH_2-CH(CH_3)-O]_n-$  mit einer Kettenlänge  $n$  gleich 1 bis 30, insbesondere 1 bis 14, wobei  $R'$  bevorzugt für H oder eine lineare, verzweigte oder cyclische Alkylgruppe mit 1 bis 6 C-Atomen steht, insbesondere Methyl, Ethyl, i-Propyl oder n-Propyl, die Methacryloxyalkyl- bzw. die Acryloxyalkyl-Gruppen entsprechen bevorzugt einer 3-Methacryloxypropyl-Gruppe und/oder einer 3-Acryloxypropyl-Gruppe, die Alkoxy-Gruppe ist bevorzugt ausgewählt aus den Gruppen Methoxy, Ethoxy, n-Propoxy und/oder iso-Propoxy, die Alkenyl-Gruppe ist bevorzugt eine Vinyl-, Isoprenyl oder eine Allyl-Gruppe, die Epoxy-Gruppe entspricht bevorzugt einer 3-Glycidyloxypropyl- oder 2-(3,4-Epoxy-cyclohexyl)-ethyl-Gruppe, die Halogenalkyl-Gruppe entspricht bevorzugt einer Fluoralkyl-Gruppe mit einem Rest  $R^{8*}-Y_m-(CH_2)_s-$ , wobei  $R^{8*}$  einem mono-, oligo- oder perfluorierten Alkyl-Rest mit 1 bis 9 C-Atomen oder einem mono-, oligo- oder perfluorierten Aryl-Rest, wobei ferner  $Y$  einem  $CH_2-$ ,  $O-$ , Aryl- oder S-Rest entspricht

und  $m = 0$  oder  $1$  und  $s = 0$  oder  $2$  ist. Gemäß einer Ausführungsform entspricht  $R^1$  einer  $F_3C(CF_2)_r(CH_2)_s$ -Gruppe, wobei  $r$  eine ganze Zahl von  $0$  bis  $9$  darstellt,  $s$  gleich  $0$  oder  $2$  ist, bevorzugt ist  $r$  gleich  $5$  und  $s$  gleich  $2$ , besonders bevorzugte Gruppen sind die  $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2$ - oder  $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2$ - oder  $CF_3(C_6H_4)$ - oder  $C_6F_5$ -  
5 Gruppen.

Bezüglich der Zusammensetzung und der Struktur der oligomeren und/oder polymeren Organosilane wird auf obige Ausführungen verwiesen.

10 Des Weiteren ist ein Gegenstand der Erfindung die Verwendung einer Aktivkohle, eines Silikates, eines organischen Harzes und/oder eines Zeolithes zur Reduzierung des Gehaltes einer organischen polaren Verbindung und/oder mindestens eines Fremdmetalls und/oder mindestens einer Fremdmetall enthaltenden Verbindung aus Zusammensetzungen enthaltend Organosilane der allgemeinen Formel I und/oder  
15 Organosilane die oligomeren oder polymeren Organosiloxanen entsprechen, die aus der wenigstens teilweisen Hydrolyse und Kondensation von Organosilanen der allgemeinen Formel I erhalten werden,



20

wobei für  $0 \leq a \leq 3$ ,  $0 \leq b \leq 3$ ,  $0 \leq c \leq 3$  und  $a + b + c \leq 3$  gelten und die Reste den oben genannten Substitutionsmustern für die Reste  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$  und/oder  $R^4$  entsprechen.

25 Die Erfindung wird durch die nachfolgenden Beispiele näher erläutert.

### **Beispiele**

#### **Beispiel 1.1**

30

Vorbehandlung des Adsorptionsmittels:

Alle Adsorptionsmittel werden vor der Verwendung sorgfältig vorgetrocknet, um eine Hydrolyse der zu reinigenden Silane zu verhindern. Die Adsorptionsmittel werden für  
5 3 Stunden bei 110 °C getrocknet und bis zur Verwendung in einem Exikkator über  
Trockenmittel aufbewahrt.

### **Beispiel 1.2**

10 Allgemeine Verfahrensvorschrift zur Behandlung der Organosilane:

Das zu reinigende Organosilan wird in einem Kolben mit Rührer und Stickstoffanschluss unter Stickstoffatmosphäre vorgelegt und eine definierte Menge des entsprechenden Adsorptionsmittels zugesetzt. Dieses Gemisch wird  
15 anschließend zwei Stunden bei Raumtemperatur gerührt, das Adsorptionsmittel wird  
nachfolgend über einen Druckfilter (Seitz Supradur 100 Tiefenfilter) abgetrennt.

### **Beispiel 2.1**

20 Das folgende Beispiel wurde gemäß der allgemeinen Verfahrensvorschrift unter  
Beispiel 1.2 mit den hier angegebenen Mengen durchgeführt.

Zwei Proben zu je 235 g Tetraethoxysilan mit unterschiedlichen Gehalten an Ethanol wurden mit je 0,75 g Aktivkohle behandelt. Der Ethanolgehalt vor und nach der  
25 Behandlung wurde mit FID-GC bestimmt.

### **Tabelle 2.1**

Ethanolgehalt vor und nach der Behandlung

Tetraethoxysilan Probennummer	Ethanolgehalt vor der Behandlung [GC-%]	Ethanolgehalt nach der Behandlung [GC-%]
1	0,0429	0,0081
2	0,0182	0,0028

**Beispiel 2.2**

Das folgende Beispiel wurde gemäß der allgemeinen Verfahrensvorschrift unter  
5 Beispiel 1.2 mit den hier angegebenen Mengen durchgeführt.

Zwei Proben zu je 235 g Tetraethoxysilan mit unterschiedlichen Gehalten an Ethanol  
wurden mit je 0,75 g Kieselgur Seitz Super behandelt. Der Ethanolgehalt vor und  
nach der Behandlung wurde mit FID-GC bestimmt.

10

**Tabelle 2.2**

Ethanolgehalt vor und nach der Behandlung

Tetraethoxysilan Probennummer	Ethanolgehalt vor der Behandlung [GC-%]	Ethanolgehalt nach der Behandlung [GC-%]
1	0,0783	0,0045
2	0,0182	0,0040

15 **Beispiel 2.3**

Das folgende Beispiel wurde gemäß der allgemeinen Verfahrensvorschrift unter  
Beispiel 1.2 mit den hier angegebenen Mengen durchgeführt.

Zwei Proben zu je 235 g Tetraethoxysilan mit unterschiedlichen Gehalten an Ethanol wurden mit je 0,75 g Kieselgur (Süd Chemie) behandelt. Der Ethanolgehalt vor und nach der Behandlung wurde mit FID-GC bestimmt.

### 5 **Tabelle 2.3**

Ethanolgehalt vor und nach der Behandlung

Tetraethoxysilan Probennummer	Ethanolgehalt vor der Behandlung [GC-%]	Ethanolgehalt nach der Behandlung [GC-%]
1	0,0783	0,0042
2	0,0182	0,0024

### **Beispiel 2.4**

10

Das folgende Beispiel wurde gemäß der allgemeinen Verfahrensvorschrift unter Beispiel 1.2 mit den hier angegebenen Mengen durchgeführt.

250 g Tetraethoxysilan mit erhöhten Fremdmittelgehalten wurden mit je 0,75 g  
 15 Aktivkohle behandelt. Die Fremdmittelgehalten vor und nach der Behandlung wurden  
 mittels ICP-MS bestimmt.

### **Tabelle 2.4**

Fremdmittelgehalten vor und nach der Behandlung:

20

Metall	Gehalt vor Behandlung	Gehalt nach Behandlung
Aluminium	600 µg/kg	8 µg/kg
Bor	48 µg/kg	1,4 µg/kg
Eisen	2970 µg/kg	9 µg/kg

**Beispiel 2.5**

Das folgende Beispiel wurde gemäß der allgemeinen Verfahrensvorschrift unter Beispiel 1.2 mit den hier angegebenen Mengen durchgeführt.

5

250 g Tetraethoxysilan mit erhöhten Fremdmittelgehalten wurden mit je 0,75 g Kieselgur behandelt. Die Fremdmittelgehalten vor und nach der Behandlung wurden mittels ICP-MS bestimmt.

10 **Tabelle 2.5**

Fremdmittelgehalten vor und nach der Behandlung:

Metall	Gehalt vor Behandlung	Gehalt nach Behandlung
Aluminium	50 µg/kg	28 µg/kg
Bor	48 µg/kg	1,2 µg/kg
Eisen	450 µg/kg	61 µg/kg

**Beispiel 2.6**

15

Das folgende Beispiel wurde gemäß der allgemeinen Verfahrensvorschrift unter Beispiel 1.2 mit den hier angegebenen Mengen durchgeführt.

250 g Methyltriethoxysilan mit erhöhtem Eisengehalt wurden mit je 0,75 g Aktivkohle  
20 behandelt. Der Eisengehalt vor und nach der Behandlung wurden mittels ICP-MS  
bestimmt.

**Tabelle 2.6**

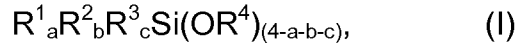
Eisengehalt vor und nach der Behandlung:

25

Metall	Gehalt vor Behandlung	Gehalt nach Behandlung
Eisen	57 µg/kg	3,1 µg/kg

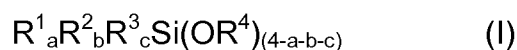
**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Behandlung einer Zusammensetzung, enthaltend Organosilane sowie mindestens eine polare organische Verbindung und/oder mindestens ein Fremdmetall und/oder eine Fremdmetall enthaltende Verbindung, dadurch gekennzeichnet, dass die Zusammensetzung mit mindestens einem Adsorptionsmittel in Kontakt gebracht wird und Gewinnen der Zusammensetzung, in der der Gehalt der organischen polaren Verbindung und/oder des Fremdmetalls und/oder der Fremdmetall enthaltenden Verbindung vermindert ist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Organosilan der allgemeinen Formel I entspricht,



wobei  $0 \leq a \leq 3$ ,  $0 \leq b \leq 3$ ,  $0 \leq c \leq 3$  und  $a + b + c \leq 3$ ,  $R^1$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische, gegebenenfalls substituierte Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkoxy-, Alkoxyalkyl-, Aryloxyalkyl-, Arylalkyl-, Aminoalkyl-, Halogenalkyl-, Polyether-, Polyetheralkyl-, Alkenyl-, Alkynyl-, Epoxyalkyl-, Ureidoalkyl-, Mercaptoalkyl-, Cyanoalkyl-, Isocyanatoalkyl-, Methacryloxyalkyl-, und/oder Acryloxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen ist, wobei  $R^2$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen,  $R^3$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen und/oder  $R^4$  eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl- und/oder Alkoxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 8 C-Atomen sind und/oder Mischungen dieser Organosilane.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass die Zusammensetzung im Wesentlichen wasserfrei ist
- 5 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass das Organosilan ein Tetraalkoxysilan, ein Alkyltrialkoxysilan, ein  
Dialkyldialkoxysilan und/oder ein Trialkylalkoxysilan ist.
- 10 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass das Organosilan Tetraethoxysilan, Tetramethoxysilan, Methyltriethoxy-  
silan, Methyltrimethoxysilan, Dimethyldiethoxysilan und/oder Diethyldiethoxy-  
silan ist.
- 15 6. Verfahren nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass die Organosilane oligomeren oder polymeren Organosiloxanen  
entsprechen, die aus der wenigstens teilweisen Hydrolyse und Kondensation  
20 von Organosilanen der allgemeinen Formel I erhalten werden,



- wobei  $0 \leq a \leq 3$ ,  $0 \leq b \leq 3$ ,  $0 \leq c \leq 3$  und  $a + b + c \leq 3$ ,  $R^1$  Wasserstoff, eine  
25 lineare, verzweigte und/oder cyclische, gegebenenfalls substituierte Alkyl-  
Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine lineare, verzweigte und/oder  
cyclische Alkoxy-, Alkoxyalkyl-, Aryloxyalkyl-, Arylalkyl-, Aminoalkyl-,  
Halogenalkyl-, Polyether-, Polyetheralkyl-, Alkenyl-, Alkynyl-, Epoxyalkyl-,  
Ureidoalkyl-, Mercaptoalkyl-, Cyanoalkyl-, Isocyanatoalkyl-, Methacryloxyalkyl-,  
30 und/oder Acryloxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-

Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen ist, wobei R<sup>2</sup> Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen, R<sup>3</sup> Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder  
5 eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen und/oder R<sup>4</sup> eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl- und/oder Alkoxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 8 C-Atomen sind und/oder Mischungen dieser Organosilane.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6,

10

dadurch gekennzeichnet,

dass die Fremdmittel enthaltende Verbindung ausgewählt ist aus Metallsäureestern, Metallhalogeniden, Metallhydriden, Metallalkoxiden, mit organischen Resten substituierten Metallhalogeniden und/oder mit organischen Resten substituierten Metallhydriden.

15

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7,

dadurch gekennzeichnet,

dass der Siedepunkt der polaren organischen Verbindung und/oder der Fremdmittel enthaltenden Verbindung im Bereich von  $\pm 20$  °C des Siedepunktes eines Organosilans bei Normaldruck liegt.

20

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8,

dadurch gekennzeichnet,

dass der Gehalt des Fremdmittels und/oder der Fremdmittel enthaltenden Verbindung um 40,0 bis 99,8 Gew.-% vermindert wird.

25

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9,

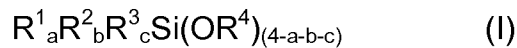
dadurch gekennzeichnet,

dass der Fremdmittelgehalt und/oder der Gehalt der Fremdmittel enthaltenden Verbindung jeweils auf unter 100 µg/kg reduziert wird.

30

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass die polare organische Verbindung ein Alkohol ist.
- 5 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass der Alkohol Ethanol, Methanol, Butanol, n-Propanol und/oder iso-Propanol  
ist.
- 10 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass die polare organische Verbindung auf einen Gehalt von unter  
0,01 Gew.-% gesenkt wird.
- 15 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass das Adsorptionsmittel hydrophil und/oder hydrophob ist.
- 20 15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass das Adsorptionsmittel ausgewählt ist aus der Gruppe der Aktivkohlen,  
Silikate, organischen Harze und/oder Zeolithe.
- 25 16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass das Verfahren diskontinuierlich oder kontinuierlich betrieben wird.
17. Zusammensetzung enthaltend mindestens ein Organosilan der allgemeinen  
Formel I und/oder Organosilane die oligomeren oder polymeren

Organosiloxanen entsprechen, die aus der wenigstens teilweisen Hydrolyse und Kondensation von Organosilanen der allgemeinen Formel I erhalten werden,



5

wobei  $0 \leq a \leq 3$ ,  $0 \leq b \leq 3$ ,  $0 \leq c \leq 3$  und  $a + b + c \leq 3$ ,  $R^1$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische, gegebenenfalls substituierte Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkoxy-, Alkoxyalkyl-, Aryloxyalkyl-, Arylalkyl-, Aminoalkyl-, Halogenalkyl-, Polyether-, Polyetheralkyl-, Alkenyl-, Alkynyl-, Epoxyalkyl-, Ureidoalkyl-, Mercaptoalkyl-, Cyanoalkyl-, Isocyanatoalkyl-, Methacryloxyalkyl-, und/oder Acryloxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen ist, wobei  $R^2$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen,  $R^3$  Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine Aryl-Gruppe mit 6 bis 12 C-Atomen und/oder  $R^4$  eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkyl- und/oder Alkoxyalkyl-Gruppe mit 1 bis 8 C-Atomen ist und/oder Mischungen dieser Organosilane, deren Fremdmetallgehalt und/oder Gehalt der Fremdmetall enthaltenden Verbindung jeweils unter 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$  und/oder deren Restgehalt an organischen polaren Verbindungen unter 0,01 Gew.-% liegt.

10

15

20

18. Zusammensetzung nach Anspruch 17,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass sie im Wesentlichen wasserfrei ist.

25

19. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 17 oder 18,  
dadurch gekennzeichnet,

dass die polare organische Verbindung ein Alkohol ausgewählt aus der Gruppe Ethanol, Methanol, Butanol, n-Propanol und/oder iso-Propanol ist.

- 5 20. Verwendung eines organischen Harzes, einer Aktivkohle, eines Silikats und/oder eines Zeolithes zur Reduzierung des Gehaltes einer organischen polaren Verbindung und/oder mindestens eines Fremdmetalls und/oder mindestens einer Fremdmetall enthaltenden Verbindung aus Zusammensetzungen enthaltend Organosilane nach einem der Ansprüche 17 bis 19.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/EP2008/060826

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. B01D15/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 6 013 187 A (BURNS GARY THOMAS [BE] ET AL) 11 January 2000 (2000-01-11) column 2, line 12 - line 58; claims; example 5	1-20
X	DE 196 50 147 A1 (BAYER AG [DE]) 10 June 1998 (1998-06-10) claims	17-19
X	KR 2007 0093303 A (CHEIL IND INC [KR]) 18 September 2007 (2007-09-18) abstract	17-19
A	EP 0 957 105 A (DEGUSSA [DE]) 17 November 1999 (1999-11-17) cited in the application paragraph [0010] - paragraph [0022]; claims	1-20
	----- -/--	

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

\* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

9 Dezember 2008

Date of mailing of the international search report

18/12/2008

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Fourgeaud, Damien

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2008/060826

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 6 114 500 A (MORI SHIGERU [JP] ET AL) 5 September 2000 (2000-09-05) claims -----	1-20

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2008/060826

Patent document cited in search report	A	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 6013187	A	11-01-2000	DE 69918000 D1 DE 69918000 T2 EP 0983969 A2 JP 2000070963 A	22-07-2004 09-06-2005 08-03-2000 07-03-2000
DE 19650147	A1	10-06-1998	AT 341084 T AU 5751098 A CA 2273302 A1 WO 9825274 A1 EP 0979514 A1 JP 2001506797 T	15-10-2006 29-06-1998 11-06-1998 11-06-1998 16-02-2000 22-05-2001
KR 20070093303	A	18-09-2007	NONE	
EP 0957105	A	17-11-1999	DE 19821156 A1 JP 2000034291 A US 6100418 A	18-11-1999 02-02-2000 08-08-2000
US 6114500	A	05-09-2000	JP 11199675 A	27-07-1999

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/060826

**A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES**  
INV. B01D15/08

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

**B. RECHERCHIERTE GEBIETE**

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole )  
B01D

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

**C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN**

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 6 013 187 A (BURNS GARY THOMAS [BE] ET AL) 11. Januar 2000 (2000-01-11) Spalte 2, Zeile 12 - Zeile 58; Ansprüche; Beispiel 5	1-20
X	DE 196 50 147 A1 (BAYER AG [DE]) 10. Juni 1998 (1998-06-10) Ansprüche	17-19
X	KR 2007 0093303 A (CHEIL IND INC [KR]) 18. September 2007 (2007-09-18) Zusammenfassung	17-19
A	EP 0 957 105 A (DEGUSSA [DE]) 17. November 1999 (1999-11-17) in der Anmeldung erwähnt Absatz [0010] - Absatz [0022]; Ansprüche	1-20
	----- -/--	

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen  Siehe Anhang Patentfamilie

- |   |  |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> <li>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :</li> <li>*A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</li> <li>*E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</li> <li>*L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</li> <li>*O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</li> <li>*P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>*T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</li> <li>*X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</li> <li>*Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</li> <li>*Z* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</li> </ul> |
|---|--|

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
9. Dezember 2008	18/12/2008
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter  Fourgeaud, Damien

## C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 6 114 500 A (MORI SHIGERU [JP] ET AL) 5. September 2000 (2000-09-05) Ansprüche -----	1-20

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/060826

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
US 6013187	A	11-01-2000	DE	69918000 D1	22-07-2004
			DE	69918000 T2	09-06-2005
			EP	0983969 A2	08-03-2000
			JP	2000070963 A	07-03-2000
DE 19650147	A1	10-06-1998	AT	341084 T	15-10-2006
			AU	5751098 A	29-06-1998
			CA	2273302 A1	11-06-1998
			WO	9825274 A1	11-06-1998
			EP	0979514 A1	16-02-2000
			JP	2001506797 T	22-05-2001
KR 20070093303	A	18-09-2007	KEINE		
EP 0957105	A	17-11-1999	DE	19821156 A1	18-11-1999
			JP	2000034291 A	02-02-2000
			US	6100418 A	08-08-2000
US 6114500	A	05-09-2000	JP	11199675 A	27-07-1999