

(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
17. Juni 2010 (17.06.2010)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2010/066487 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
C07F 7/20 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2009/063316

(22) Internationales Anmeldedatum:
13. Oktober 2009 (13.10.2009)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2008 054 537.6
11. Dezember 2008 (11.12.2008) DE

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

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **RAULEDER, Hart-
wig** [DE/DE]; Uhlandweg 51A, 79618 Rheinfelden (DE).
MÜH, Ekkehard [DE/DE]; Feldbergstraße 7, 79618
Rheinfelden (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, CL, 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, PE, 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, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI,
SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN,
GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz
3)

(54) Title: CLEANING OF SILICON COMPOUNDS

(54) Bezeichnung : REINIGUNG VON SILICIUMVERBINDUNGEN

(57) Abstract: The invention relates to a method for treating a composite comprising silicon compounds, particularly organosilanes and/or inorganic silanes and at least one foreign metal and/or a compound comprising a foreign metal, wherein the composite is brought into contact with at least one adsorption means and/or a first filter and subsequent obtaining of the compound in which the content of foreign metal and/or the compound comprising foreign metal is reduced. The invention furthermore relates to the use of organic resins, active carbon, silicates and/or zeolites and/or at least one filter having small pore size for reducing the said compounds.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung einer Zusammensetzung, enthaltend Siliciumverbindungen, insbesondere Organosilane und/oder anorganische Silane sowie mindestens ein Fremdmittel und/oder eine Fremdmittel enthaltende Verbindung, wobei die Zusammensetzung mit mindestens einem Adsorptionsmittel und/oder einem ersten Filter in Kontakt gebracht wird und anschließend Gewinn der Zusammensetzung, in der der Gehalt des Fremdmittels und/oder der Fremdmittel enthaltenden Verbindung vermindert ist. Ferner betrifft die Erfindung die Verwendung organischer Harze, Aktivkohle, Silikate und/oder Zeolithe und/oder auch mindestens eines Filters mit kleinen Porengrößen zur Reduzierung der genannten Verbindungen.



WO 2010/066487 A1

REINIGUNG VON SILICIUMVERBINDUNGEN

- Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung einer Zusammensetzung, 5
enthaltend Siliciumverbindungen, insbesondere Organosilane und/oder anorganische
Silane sowie mindestens ein Fremdmetall und/oder eine Fremdmetall enthaltende
Verbindung, wobei die Zusammensetzung mit mindestens einem Adsorptionsmittel
und/oder einem ersten Filter in Kontakt gebracht wird und anschließend
Gewinnen der Zusammensetzung, in der der Gehalt des Fremdmetalls und/oder der
10 Fremdmetall enthaltenden Verbindung vermindert ist. Ferner betrifft die Erfindung die
Verwendung von organischen Harzen, Aktivkohle, Silikaten und/oder Zeolithen
und/oder auch mindestens einem Filter mit kleinen Porengrößen zur Reduzierung der
genannten Verbindungen.
- 15 Speziell bei Anwendung von organischen Silanen, wie Alkoxysilanen, Alkylalkoxy-
silanen, 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 Bereich der Nachweisgrenze
20 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 (organische oder anorganische) in der
Mikroelektronik zum Einsatz, wie beispielsweise bei der Abscheidung isolierender,
dielektrischer oder epitaktischer Schichten in der Halbleiterindustrie, generieren
25 selbst Spuren an Verunreinigungen mit Fremdmetall bei diesen sensiblen
Anwendungen erhebliche Probleme. Sind Fremdmetalle in den Siliciumverbindungen
enthalten, so führt dies zu unerwünschten Dotierungseffekten und setzt durch
Migrationsprozesse die Lebenszeit elektrischer Bauteile herab.
- 30 Prozessbedingt kommt es bei der großtechnischen Herstellung von organischen oder
anorganischen Silanen zu einer Kontamination mit unerwünschten Fremdmetallen.
Diese Fremdmetalle können als Verbindung oder auch metallisch vorliegen.

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 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 des Fremdmetallgehaltes als auch des Gehaltes einer Fremdmetall enthaltenden Verbindung in Siliciumverbindungen auf einfache und wirtschaftliche Weise zu ermöglichen. Ferner bestand die Aufgabe höchstreine Siliciumverbindungen, insbesondere Organosilane und /oder anorganische Silane, mit geringsten Gehalten an Fremdmetallen sowie Fremdmetall enthaltenden Verbindungen bereitzustellen.

Gelöst wurden die Aufgaben entsprechend den Angaben in den Patentansprüchen. Bevorzugte Ausführungsformen sind in Unteransprüchen und in der Beschreibung dargelegt.

Es wurde gefunden, dass durch Behandlung einer Zusammensetzung umfassend Siliciumverbindungen, insbesondere mindestens eines Organosilans und/oder eines anorganischen Silans, enthaltend mindestens ein Fremdmetall und/oder eine Fremdmetall enthaltende Verbindung mit einem Adsorptionsmittel und/oder mit mindestens einem Filter, bevorzugt mit zwei verschiedenen Filtern, durch in Kontaktbringen mit diesen und nachfolgendem Gewinnen der Zusammensetzung, der Gehalt der Fremdmetalle und/oder der Fremdmetall enthaltenden Verbindungen erheblich vermindert wird, insbesondere, wenn die Zusammensetzung vor der Behandlung im Wesentlichen wasserfrei ist.

Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zur Behandlung einer Zusammensetzung, enthaltend Siliciumverbindungen, insbesondere mindestens ein Organosilane und/oder mindestens ein anorganisches Silan oder eine Mischung eines der Silane oder beider Silane, sowie mindestens ein Fremdmetall und/oder eine Fremdmetall enthaltende Verbindung, wobei die Zusammensetzung, die

insbesondere für anorganische Silane im Wesentlichen wasserfrei ist, in einem ersten Schritt mit mindestens einem Adsorptionsmittel und/oder mindestens einem Filter in Kontakt gebracht wird, und gegebenenfalls in einem weiteren Schritt mit mindestens einem Filter in Kontakt gebracht wird, bevorzugt filtriert wird, und

5 Gewinnen der Zusammensetzung, in der der Gehalt des Fremdmetalls und/oder der Fremdmetall enthaltenden Verbindung vermindert ist. Besonders bevorzugt werden die Schritte des in Kontaktbringen mit einem Adsorptionsmittel und gegebenenfalls Abtrennen des Adsorptionsmittels, beispielsweise mittels einer ersten Filtration, Sedimentation, Zentrifugation, oder, indem das Adsorptionsmittel von der

10 Zusammensetzung durchströmt wird, mit einem zusätzlichen Filtrationsschritt kombiniert.

Das Verfahren zur Behandlung der Zusammensetzung kann gemäß einer Ausführungsvariante vorsehen, dass ein Adsorptionsmittel zugleich als Filter wirkt.

15 Beispielsweise kann dazu das Adsorptionsmittel in einer Patrone oder dergleichen dicht gepackt sein, die von der Zusammensetzung durchströmt wird. Die mittlere Porengröße, die sich in diesem Fall interpartikulär aus der Packung des Adsorptionsmittels ergibt, kann kleiner 100 µm, bevorzugt kleiner 50 µm bis 5 µm, betragen.

20

Alternativ kann das Verfahren zur Behandlung der Zusammensetzung auch erfolgen, indem die Zusammensetzung filtriert wird, insbesondere weist der Filter eine Porengröße von kleiner 100 µm, bevorzugt kleiner 50 µm bis 5 µm auf, besonders bevorzugt weist der Filter eine mittlere Porengröße zwischen 5 bis 30 µm, besonders

25 bevorzugt von 5 bis 10 µm auf, gegebenenfalls kann in einem weiteren Schritt die so behandelte Zusammensetzung mindestens einmal filtriert werden, wobei der mindestens eine Filter eine Porengröße von kleiner 5 µm aufweist, insbesondere eine Porengröße kleiner gleich 1 µm, besonders bevorzugt eine Porengröße kleiner gleich 0,1 µm, oder auch kleiner gleich 0,05 µm, und Gewinnen der

30 Zusammensetzung, in der der Gehalt des Fremdmetalls und/oder der Fremdmetall enthaltenden Verbindung vermindert ist. Die Porengröße kann sich auch aus der interpartikulären Packung eines Adsorptionsmittels ergeben.

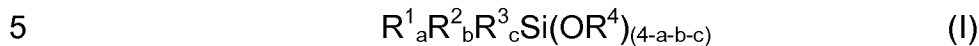
Im erfindungsgemäßen Verfahren erfolgt die Behandlung der Zusammensetzung, indem die Zusammensetzung

- in einem ersten Schritt mit mindestens einem Adsorptionsmittel in Kontakt gebracht wird, das Adsorptionsmittel wird gegebenenfalls abgetrennt;
5 beispielsweise kann die Zusammensetzung ein Adsorptionsmittel durchströmen, mit einem Adsorptionsmittel gerührt, geschüttelt und/oder stehen gelassen werden oder auf andere dem Fachmann hinlänglich bekannte Weise mit dem Adsorptionsmittel in Kontakt gebracht werden, das Abtrennen kann beispielsweise durch eine erste Filtration durch einen Filter erfolgen, insbesondere weist der Filter
10 eine Porengröße kleiner 100 µm, bevorzugt kleiner 50 µm bis größer 5 µm auf, besonders bevorzugt weist der Filter eine mittlere Porengröße zwischen 5 bis 30 µm, besonders bevorzugt von 5 bis 10 µm auf, alternativ oder zusätzlich kann die Zusammensetzung zentrifugiert werden oder sedimentieren; und
- in einem weiteren Schritt wird die so behandelte Zusammensetzung filtriert, wobei
15 der mindestens eine Filter eine Porengröße von kleiner 5 µm aufweist, insbesondere eine Porengröße kleiner gleich 1 µm, besonders bevorzugt eine Porengröße kleiner gleich 0,1 µm oder auch kleiner gleich 0,05 µm, und
- Gewinnen der Zusammensetzung, in der der Gehalt des Fremdmetalls und/oder der Fremdmetall enthaltenden Verbindung vermindert ist.

20 Ein oder auch mehrere Filtrationsschritte können bei Normaldruck, Überdruck oder auch unter Vakuum bei einer geeigneten Temperatur erfolgen.

Dabei ist es von besonderem Vorteil, dass der Fremdmetallgehalt und/oder der
25 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 50 µg/kg bis 0 µg/kg, vorzugsweise unter 30 µg/kg bis 0 µg/kg, bevorzugt unter
30 15 µg/kg bis 0 µg/kg, besonders bevorzugt unter 10 µg/kg bis 0 µg/kg reduziert, ganz besonders bevorzugt unter 1 µg/kg bis 0 µg/kg werden kann.

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-, 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.

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 $-(CH_2)_3-NH_2$, $-(CH_2)_3-NHR'$, $-(CH_2)_3-NH(CH_2)_2-NH_2$ 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-Gruppe bzw. Polyetheralkyl-Gruppe entspricht bevorzugt einer der Formeln $R'-(O-CH_2-CH_2-)_nO-(CH_2)_3-$, $R'-(O-CH_2-CH_2-CH_2-)_nO-(CH_2)_3-$, $R'-(O-CH_2-$

30

$\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_n\text{O-(CH}_2\text{)}_3\text{-}$, $\text{R}'\text{-(O-CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_n\text{O-}$, $\text{R}'\text{-(O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_n\text{O-}$, $\text{R}'\text{-(O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_n\text{O-}$, $\text{R}'\text{O[-CH}_2\text{-CH(CH}_3\text{)-O]}_n\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-}$ oder $\text{R}'\text{O[-CH}_2\text{-CH(CH}_3\text{)-O]}_n\text{-}$ 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,

5 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,

10 Epoxy-Gruppe entspricht bevorzugt einer 3-Glycidioxypropyl- oder 2-(3,4-Epoxy-cyclohexyl)-ethyl-Gruppe, die Halogenalkyl-Gruppe entspricht bevorzugt einer Fluoralkyl-Gruppe mit einem Rest $\text{R}^{8*}\text{-Y}_m\text{-(CH}_2\text{)}_s\text{-}$, 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 $\text{CH}_2\text{-}$, O- , Aryl- oder S-Rest entspricht und

15 $m = 0$ oder 1 und $s = 0$ oder 2 ist. Gemäß einer Ausführungsform entspricht R^1 einer $\text{F}_3\text{C(CF}_2\text{)}_r\text{(CH}_2\text{)}_s\text{-}$ 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 $\text{CF}_3\text{(CF}_2\text{)}_5\text{(CH}_2\text{)}_2\text{-}$ oder $\text{CF}_3\text{(CF}_2\text{)}_7\text{(CH}_2\text{)}_2\text{-}$ oder $\text{CF}_3\text{(C}_6\text{H}_4\text{)-}$ oder $\text{C}_6\text{F}_5\text{-}$ Gruppen.

20

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-

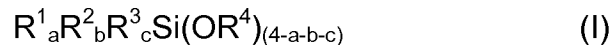
25 Gruppe, wobei insgesamt tetraalkoxy-, trialkoxy- und/oder dialkoxysubstituierte Silane bevorzugt sind.

Erfindungsgemäß sind die Zusammensetzungen zudem im Wesentlichen wasserfrei. Als wasserfrei gilt eine erfindungsgemäße Zusammensetzung, wenn der Gehalt an

30 Wasser nach Karl Fischer < 10 ppm, insbesondere < 5 ppm, beträgt.

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 einem oder mehreren Organosilanen der allgemeinen Formel I erhalten werden,

5

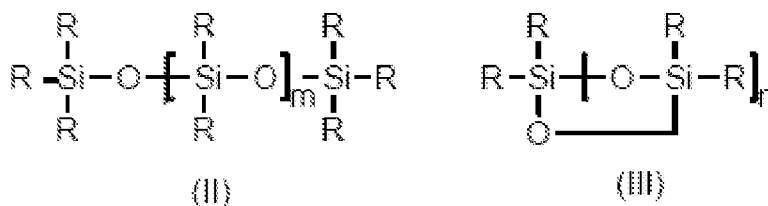


wobei $0 \leq a \leq 3$, $0 \leq b \leq 3$, $0 \leq c \leq 3$ und $a + b + c \leq 3$, R^1 Wasserstoff, eine lineare, verzweigte und/oder cyclische, gegebenenfalls substituierte Alkyl-Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine lineare, verzweigte und/oder cyclische Alkoxy-, Alkoxyalkyl-, Aryloxyalkyl-, Arylalkyl-, Aminoalkyl-, Halogenalkyl-, Polyether-, Polyetheralkyl-, Alkenyl-, Alkinyl-, 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. Als oligomere Organosiloxane gelten alle Siloxane mit mindestens 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 $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH}_2$, $-(\text{CH}_2)_3\text{-NHR}'$, $-(\text{CH}_2)_3\text{-NH}(\text{CH}_2)_2\text{-NH}_2$ 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 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 $\text{R}'\text{-(O-CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_n\text{O-(CH}_2\text{)}_3\text{-}$, $\text{R}'\text{-(O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_n\text{O-(CH}_2\text{)}_3\text{-}$, $\text{R}'\text{-(O-CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_n\text{O-}$, $\text{R}'\text{-(O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{)}_n\text{O-}$, $\text{R}'\text{O[-CH}_2\text{-CH(CH}_3\text{)-O]}_n\text{-(CH}_2\text{)}_3\text{-}$ oder $\text{R}'\text{O[-CH}_2\text{-CH(CH}_3\text{)-O]}_n\text{-}$ 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-Epoxycyclohexyl)-ethyl-Gruppe, die Halogenalkyl-Gruppe entspricht bevorzugt einer Fluoralkyl-Gruppe mit einem Rest R^{8*}-Y_m-(CH₂)_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 CH₂-, O-, Aryl- oder S-Rest entspricht und m = 0 oder 1 und s = 0 oder 2 ist. Gemäß einer Ausführungsform entspricht R¹ einer F₃C(CF₂)_r(CH₂)_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 CF₃(CF₂)₅(CH₂)₂- oder CF₃(CF₂)₇(CH₂)₂- oder CF₃(C₆H₄)- oder eine C₆F₅-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 R¹, R² und/oder R³ und/oder aus Hydroxygruppen bestehen. In der Regel kann der Oligomerisie-

rungsgrad 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.

5

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.

10

15

Die zum Aufbau von oligomeren und/oder polymeren Organosilanen mit kettenförmigen, cyclischen, vernetzten und/oder raumvernetzten Strukturelementen vorhandenen Baueinheiten umfassen demgemäß das monofunktionelle $(R)_3\text{-Si-O-}$ mit der Bezeichnungsweise M, das difunktionelle $\text{-O-Si(R)}_2\text{-O-}$ mit der Bezeichnungsweise D, das trifunktionelle $(\text{-O-})_3\text{SiR}$, dem das Symbol T zugeordnet wurde und das tetrafunktionelle Si(-O-)_4 mit dem Symbol Q. Die Bezeichnungsweise der Baueinheiten erfolgt gemäß ihrer Funktionalität mit den Symbolen M, D, T und Q.

20

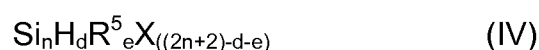
Als anorganische Silane werden insbesondere Halogensilane, Hydrogenhalogensilane, mit mindestens einem organischen Rest substituierte Halogensilane und/oder mit mindestens einem organischen Rest substituierte Hydrogenhalogensilane, als auch Mischungen dieser Silane verstanden. Gemäß einer Ausführungsform können auch reine Hydrogensilane umfasst sein. In den Halogen enthaltenden anorganischen Silanen kann jedes Halogen unabhängig von weiteren Halogenatomen ausgewählt sein aus der Gruppe Fluor, Chlor, Brom oder Jod, so dass beispielsweise auch gemischte Halogensilane wie SiBrCl_2F oder SiBr_2ClF enthalten sein können.

25

30

Zu den anorganischen Silanen zählen bevorzugt die chloresubstituierten, vorwiegend monomeren Silane, wie beispielsweise Tetrachlorsilan, Trichlorsilan, Dichlorsilan, Monochlorsilan, Methyltrichlorsilan, Trichlormethylsilan, Trimethylchlorsilan, Dimethyldichlorsilan, Phenylmethyldichlorsilan, Phenyltrichlorsilan, Vinyltrichlorsilan, Dihydrogendichlorsilan. Aber auch die monomeren Silane, wie Tetramethylsilan, Trimethylsilan, Dimethylsilan, Methylsilan, Monosilan oder Organohydrogensilane oder auch Disilan, Trisilan, Tetrasilan und/oder Pentasilan sowie höhere homologe Silane können gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren in ihrem Fremdmetallgehalt vermindert werden. Neben diesen bevorzugten, vorwiegend monomeren Verbindungen können aber auch weitere dimere Verbindungen, wie Hexachlordisilan, oligomere Verbindungen, wie Octachlortrisilan, Decachlortetrasilan, und höhere homologe Halogenpolysilane sowie gemischt hydriert halogenierte Polysilane, wie z. B. Pentachlorhydrogendisilan oder Tetrachlordihydrogendisilan, sowie Mischungen dieser mit monomeren, linearen, verzweigten und/oder cyclischen oligomeren und/oder polymeren anorganischen Silanen entsprechend in ihrem Fremdmetallgehalt reduziert werden. Zu den cyclischen oligomeren Verbindungen zählen Verbindungen des Typs Si_nX_{2n} , mit $n > 3$, wie $\text{Si}_5\text{Cl}_{10}$, und zu den polymeren anorganischen Verbindungen beispielsweise Halogenpolysilane, d. h. Polysiliciumhalogenide $\text{Si}_n\text{X}_{2n+2}$ mit $n \geq 5$ und/oder Polysiliciumhydrogenhalogenide $\text{Si}_n\text{H}_a\text{X}_{[(2n+2)-a]}$ mit $n \geq 2$ und $0 \leq a \leq (2n+2)$, wobei X jeweils für ein Halogen steht, wie F, Cl, Br, J, insbesondere Cl.

Gegenstand der Erfindung ist ebenso ein Verfahren zur Behandlung einer Zusammensetzung enthaltend anorganische Silane und mindestens ein Fremdmetall und/oder eine Fremdmetall enthaltende Verbindung, gemäß dem oben beschriebenen Verfahren, wobei mindestens ein anorganisches Silan der allgemeinen Formel IV entspricht,



wobei $1 \leq n \leq 5$, $0 \leq d \leq 12$, $0 \leq e \leq 12$ und jedes X im Silan voneinander unabhängig einem Halogen, ausgewählt aus der Gruppe Fluor, Chlor, Brom oder Jod, und jede

Gruppe R^5 im Silan voneinander unabhängig einer linearen, verzweigten und/oder cyclischen Alkyl-Gruppe mit 1 bis 16 C-Atomen, oder einer Aryl-Gruppe entsprechen. Wobei als eine Aryl-Gruppe auch alkylsubstituierte Aryle, mit linearen, verzweigten oder cyclischen Alkyl-Gruppen mit 1 bis 8 C-Atomen, verstanden werden. Besonders
5 bevorzugt entspricht mindestens ein Silan der allgemeinen Formel IV mit $n = 1$, $X = \text{Chlor}$, $0 \leq d \leq 3$, $0 \leq e \leq 3$ und $d + e \leq 3$ und R^5 einer linearen, verzweigten und/oder cyclischen Alkyl-Gruppe mit 1 bis 16 C-Atomen oder einer Aryl-Gruppe.

10 Zu den bevorzugten anorganischen Silanen zählen die chloresubstituierten monomeren Silane mit $n = 1$ und $X = \text{Cl}$, wie beispielsweise Tetrachlorsilan, Trichlorsilan, Trichlormethylsilan, Trimethylchlorsilan, Dimethyldichlorsilan, Dichlorsilan, Monochlorsilan, Phenylmethyldichlorsilan, Phenyltrichlorsilan, Vinyltrichlorsilan, oder auch Monosilan mit $d = 4$ und $e = 0$.

15 Als Fremdmetalle und/oder Fremdmetall enthaltende Verbindungen werden jene angesehen, bei denen das Metall nicht Silicium entspricht. Die Adsorption und/oder Filtration des mindestens einen Fremdmetalls und/oder der mindestens eine Fremdmetall enthaltenden Verbindung mittels Adsorptionsmittel und/oder Filter erfolgt insbesondere selektiv aus der Siliciumverbindungen, wie mindestens einem
20 Organosilan und/oder ein anorganisches Silan, enthaltenden Zusammensetzung, dabei kann die Adsorption und/oder Filtration sowohl in Lösung als auch in der Gasphase erfolgen.

25 Als Fremdmetalle oder Fremdmetall enthaltende Verbindungen werden auch Halbmometalle oder Halbmetalle enthaltende Verbindungen verstanden, wie beispielsweise Bor, Bortrichlorid und Borsäureester, wie B(OMe)_3 oder B(OEt)_3 . Phosphor (Phosphortrichlorid oder Phosphorpentachlorid, Phosphorsäureester, wie Triethylphosphat, Arsen und Antimon sowie entsprechende Verbindungen.

30 Neben elementaren Metallen in partikulärer Form kann es sich bei den zu vermindernden Fremdmetallen und/oder Fremdmetall enthaltenden Verbindungen um Metallhalogenide, Metallhydrogenhalogenide, 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 werden. Gleichfalls können
5 beispielsweise in kontinuierlich ablaufenden Prozessen mitgeschleppte partikuläre Metalle die Zusammensetzung kontaminieren. Bevorzugt können die Gehalte an Bor, Aluminium, Kalium, Lithium, Kupfer, Natrium, Magnesium, Calcium, Eisen, Chrom, Titan, Zink, Vanadium, Mangan, Kobalt und/oder Nickel reduziert werden, insbesondere werden auf diesen Metallen basierende Verbindungen abgetrennt.
10 Besonders bevorzugt wird der Gehalt von Aluminium, Bor und Eisen; oder Bor, Eisen, Calcium, Kupfer, Kalium und Natrium reduziert.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich besonders für die Abtrennung bzw. Reduzierung von Fremdmetall enthaltenden Verbindungen deren Siedepunkt im
15 Bereich des Siedepunktes einer Siliciumverbindung, insbesondere eines Organosilans und/oder eines anorganischen Silans, liegt oder mit diesem als Azeotrop übergehen würden. Diese Fremdmetall enthaltenden Verbindungen können teilweise nur schwer bis überhaupt nicht destillativ abgetrennt werden. Als Siedepunkt, der im Bereich des Siedepunktes eines Organosilans und/oder
20 anorganischen Silans liegt, wird ein Siedepunkt angesehen, der im Bereich von ± 20 °C des Siedepunktes einer der Siliciumverbindungen bzw. eines Organosilans und/oder anorganischen Silans bei Normaldruck (etwa 1013,25 hPa oder 1013,25 mbar) liegt.

25 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.-%, vorzugsweise um 65,0 bis kleiner gleich 100 Gew.-%, bevorzugt um 85 bis 95 Gew.-%, besonders bevorzugt um 95 bis 99,8 Gew.-% vermindert. Dies bedeutet, dass ausgehend vom ursprünglichen Gehalt
30 das Fremdmetall und/oder die Fremdmetall enthaltende Verbindung fast vollständig aus der Zusammensetzung entfernt werden kann. Für Eisen enthaltende Zusammensetzungen ermöglicht das Verfahren eine Reduktion des Restgehaltes um 85 bis 95

Gew.-%, besonders bevorzugt um 90 bis 99,8 Gew.-% und je nach Kombination vom Adsorptionsmittel und zweifacher Filtration um 90 bis 99,95 Gew.-% vermindert werden. Im Allgemeinen kann beispielsweise der Aluminiumgehalt einer Zusammensetzung von anorganischen Silanen um 40 bis 99 Gew.-%, bevorzugt um 85 bis 5 99 Gew.-% und der Borgehalt um 95 bis 99,8 Gew.-% reduziert werden.

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 10 Bereich von unter 100 µg/kg reduziert werden. Diese Zusammensetzung gilt im Sinne der Erfindung als höchstrein. Insbesondere kann der Gehalt auf unter 30 µg/kg, bevorzugt unter 15 µg/kg, besonders bevorzugt unter 10 µg/kg und ganz besonders bevorzugt unter 1 µg/kg reduziert werden.

15 Zur Durchführung des Verfahrens können zweckmäßig sowohl anorganische als auch organische Adsorptionsmittel (synonym zu Adsorbentien oder Adsorber) verwendet werden, die zudem hydrophil und/oder hydrophob sein können. Je nachdem, welche Fremdmetalle oder Fremdmetall enthaltenden Verbindungen abzutrennen sind, kann es zweckmäßig sein, dass ein Gemisch aus hydrophilen und 20 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 Adsorp- 25 tionsmittel sind Aktivkohle, insbesondere Norit Aktivkohle SA+ (Norit Deutschland GmbH, Kieselgur Seitz Super (Pall Corporation), Kieselgur (0,2 bis 0,5 mm Durchmesser, Süd-Chemie).

30 Zur Durchführung des Verfahrens können zweckmäßigerweise Filtermedien bzw. Filter verwendet werden, die beispielsweise als Plattenfilter bzw. Filterplatten, als Filterkartusche, als Filterkerze, als Tiefenfilter, als Filterbeutel, als Getriebefilter, als Filterpatronen, als Membranfilter, als Schüttung oder als Filternutsche ausgelegt

sind. Bevorzugt sind Kartuschen. Dabei können die Filter u. a. auf Gewebe, faserorientierte Vliese, Spinnvliese, Wirrfaservliese oder Filz – um nur einige Beispiele zu nennen – basieren. So können beispielsweise auch gewickelte Filterkerzen aus zuvor genannten Materialien vorteilhaft verwendet werden. Darüber hinaus können je nach Einsatzgebiet die verschiedensten Materialien für vorteilhaft verwendbare Filtermedien zum Einsatz kommen, beispielsweise Cellulose, Cellulosefasern, Kunststoffe, wie Nylon, Polyester, Polyethylen, Polypropylen, Polyphenylensulfid, Polytetrafluorethylen, PFA, PVDF, daraus hergestellte Kunstfasern, keramische Fasern/Sinterkörper, Glasfasern, aber auch Metalle, Edelstähle, z. B. 316 L, insbesondere in Form von Draht, Fasern oder Wolle. Dabei ist dem Fachmann klar, dass alle vorgenannten Filter unterschiedlichster Porengröße entsprechend aufgebaut sein können.

Im Allgemeinen wird die erfindungsgemäße Behandlung von Zusammensetzungen umfassend Siliciumverbindungen, wie Organosilane und/oder anorganische Silane, 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. Eine bevorzugte Ausführungsform besteht darin, auf Trägern aufgebrachte Adsorber (Absorptionsmittel), zusammen extrudierte oder fest gesinterte Adsorberformkörper zu verwenden, da dann die Abtrennung des Adsorbermaterials sehr vereinfacht ist. Die geträgerten Adsorptionsmittel können in dem Fachmann geläufigen Formkörpern, beispielsweise als Pellet, Brikett, Ringe oder anderen Formen eingesetzt werden. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform wird ein Rohrreaktor mit Adsorptionsmittel, bevorzugt mit geträgertem

Adsorptionsmittel ausgelegt, und kann von der Zusammensetzung durchströmt werden. Diese Ausführungsform erlaubt einen kontinuierlichen Kontakt mit dem Adsorptionsmittel, ohne, dass in jedem Fall eine nachgeschaltete zusätzliche Filtration notwendig wird. In diesen Ausführungsvarianten kann das geträgerte
5 Adsorptionsmittel auch zugleich die Funktion eines Filters erfüllen. Insgesamt ist es jedoch bevorzugt noch einen feinen Partikelfilter nachzuschalten.

Bei Verwendung von pulverförmigen Adsorbieren oder Adsorbergranulaten wird der Adsorber bevorzugt wieder abgetrennt, insbesondere durch Filtration. Der
10 verwendete Filter ist vorzugsweise an die Partikelgröße des Adsorptionsmittels angepaßt, um das Adsorptionsmittel abzutrennen. Hierzu werden zumeist günstige, grobe Filterplatten verwendet, die bei der durch den Adsorber bedingten großen Beladung weiterhin durchlässig sind und häufig ersetzt werden können. Beispielsweise können auch Bandfilter verwendet werden, über die das
15 Adsorptionsmittel aus dem Verfahren kontinuierlich oder semikontinuierlich entfernt werden kann.

Beiden Verfahrensvarianten ist gemeinsam, dass sich feinste in der Regel nicht adsorbierbare Metallpartikel nicht vollständig abtrennen lassen. Daher wird
20 erfindungsgemäß ein weiterer sehr feiner Partikelfilter, insbesondere mit einer Porengröße kleiner 5 µm, nachgeschaltet, der gegebenenfalls durchbrechende kleine bis kleinste Adsorberteilchen gegebenenfalls mit anhaftendem Fremdmetall und/oder Fremdmetall enthaltenden Verbindungen sowie partikuläre Metalle oder Metall enthaltende Partikel zurückhält. Durch diese Maßnahme, insbesondere durch
25 die kombinierte Verwendung von Adsorptionsmittel und nachgeschalteter Filtration können die gewünschten Reinheiten von kleiner < 1 ppb je Fremdmetall erzielt werden. Es ist zwar möglich feine Partikelfilter direkt für die Abtrennung eines beispielsweise pulverförmigen Adsorbermediums/Adsorptionsmittels zu verwenden, jedoch ist dies aufgrund der in der Regel deutlich erhöhten Kosten dieser Filter
30 unwirtschaftlich.

Erfindungsgemäß wird daher ein stationäres Adsorptionsmittel, beispielsweise in einer Kartusche, eingesetzt oder ein Adsorptionsmittel, das mittels einer grob Filtration von der Zusammensetzung abgetrennt wird, wobei sich eine nachfolgende Filtration mit mindestens einem Filter mit einer Porengröße kleiner 5 µm anschließt.

5

Die Verfahrensführung kann je nach Bedarf diskontinuierlich, semikontinuierlich oder kontinuierlich erfolgen.

Gegenstand der Erfindung ist auch die Verwendung eines organischen Harzes, einer Aktivkohle, eines Silikats und/oder eines Zeolithes zur Reduzierung des Gehaltes eines Fremdmetalls und/oder mindestens einer Fremdmetall enthaltenden Verbindung aus Zusammensetzungen enthaltend Siliciumverbindungen, insbesondere Organosilane und/oder anorganische Silane, insbesondere gemäß vorstehender Definition, besonders bevorzugt in Kombination mit einem oder mehreren Filtern, wobei mindestens ein Filter eine Porengröße von kleiner 5 µm aufweist, insbesondere mit einer Porengröße kleiner 1 µm, besonders bevorzugt mit einer Porengröße kleiner gleich 0,1 µm oder auch kleiner gleich 0,05 µm. Bevorzugt werden entsprechend geträgerte, gesinterte oder extrudierte organische Harzes, Aktivkohle, Silikate und/oder Zeolithe verwendet. In bevorzugten Ausführungsformen kann ein Adsorptionsmittel stationär in Art eines ersten Filters vorliegen, der von der zu reinigenden Zusammensetzung durchströmt wird.

Gegenstand der Erfindung ist auch die Verwendung eines Filters mit einer Porengröße von kleiner 5 µm, insbesondere mit einer Porengröße kleiner 1 µm, besonders bevorzugt mit einer Porengröße kleiner gleich 0,1 µm oder auch kleiner gleich 0,05 µm, zur Reduzierung des Gehaltes eines Fremdmetalls und/oder mindestens einer Fremdmetall enthaltenden Verbindung oder eines Adsorptionsmittels oder partikulärer Verunreinigungen aus Zusammensetzungen enthaltend Siliciumverbindungen, insbesondere Organosilane und/oder anorganische Silane, gemäß vorstehender Definition.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist auch eine Zusammensetzung enthaltend mindestens eine Siliciumverbindung gemäß vorstehender Definition, insbesondere enthaltend mindestens ein Organosilan der Formel I und/oder ein daraus durch teilweise Hydrolyse und/oder Kondensation abgeleitetes oligomeres oder polymeres Organosiloxan und/oder ein anorganisches Silan, insbesondere der Formel IV, wobei der Gehalt an Aluminium $< 5 \mu\text{g/kg}$, insbesondere $< 1 \mu\text{g/kg}$, der Gehalt an Bor kleiner $5 \mu\text{g/kg}$, insbesondere kleiner gleich $2,5 \mu\text{g/kg}$, der Gehalt an Eisen kleiner $5 \mu\text{g/kg}$, insbesondere kleiner $1 \mu\text{g/kg}$, und der Gehalt an Calcium, Kupfer, Kalium und Natrium jeweils kleiner $1 \mu\text{g/kg}$ ist. Ferner ist die erfindungsgemäße Zusammensetzung im Wesentlichen wasserfrei, insbesondere, wenn anorganische Silane in der Zusammensetzung enthalten sind.

Die erfindungsgemäße Zusammensetzung, basierend auf Siliciumverbindungen, wie Organosilanen und/oder anorganischen Silanen, weist einen, um 40 bis 99,8 Gew.-%, reduzierten Fremdmetallgehalt und/oder Gehalt an Fremdmetall enthaltender Verbindung auf. Ausgedrückt in $\mu\text{g/kg}$ kann der Gehalt auf unter $100 \mu\text{g/kg}$, insbesondere unter $30 \mu\text{g/kg}$, bevorzugt unter $15 \mu\text{g/kg}$, besonders bevorzugt unter $10 \mu\text{g/kg}$ reduziert werden, ganz besonders bevorzugt auf unter $1 \mu\text{g/kg}$ reduziert werden. Dabei sind die folgenden oben genannten Substitutionsmuster besonders bevorzugt.

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

Die Erfindung wird durch die nachfolgenden Beispiele näher erläutert.

Beispiele

Bestimmung des Borgehalts:

Die Probenvorbereitung und Messung der Proben erfolgte in einer dem Analytikfachmann geläufigen Weise, indem die Probe mit demineralisiertem Wasser hydrolysiert und das Hydrolysat mittels Flusssäure (suprapur) abfluoriert wurde. Der Rückstand wurde in demineralisiertem Wasser aufgenommen und der Elementgehalt
5 mittels ICP-MS (ELAN 6000 Perkin Elmer) bestimmt.

Beispiel 1

Vorbehandlung des Adsorptionsmittels:

10

Das Adsorptionsmittel wurde vor der Verwendung sorgfältig vorgetrocknet, um eine Hydrolyse der zu reinigenden Silane zu verhindern. Die Trocknung fand für 3 Stunden bei 110 °C statt. Die Adsorptionsmittel wurden bis zur Verwendung in einem Exikkator über Trockenmittel aufbewahrt.

15

Allgemeine Verfahrensvorschrift zur Behandlung der Silane:

20

Das zu reinigende Silan wurde in einem Kolben mit Rührer und Stickstoffanschluss unter Stickstoffatmosphäre vorgelegt und eine definierte Menge des entsprechenden Adsorptionsmittels zugesetzt. Dieses Gemisch wurde anschließend zwei Stunden bei Raumtemperatur gerührt, das Adsorptionsmittel wurde nachfolgend über einen Druckfilter (Seitz Supradur 100 Tiefenfilter, mittlere Porengröße 5 - 10 µm) abgetrennt.

25

Das resultierende Filtrat wurde anschließend über einen Partikelfilter (Pall Mini Kleen-Change[®] Filter, Material: PTFE, Porengröße: 0,05 µm, Filterfläche: 320 cm²) filtriert.

Beispiel 1.1

30

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

250 g Tetraethoxysilan mit erhöhten Fremdmittelgehalten wurden mit 0,75 g Aktivkohle behandelt. Die Fremdmittelgehalten vor und nach der Behandlung sowie nach der Partikelfiltration wurden mittels ICP-MS bestimmt, vgl. Tabelle 1.1.

5 **Tabelle 1.1**

Fremdmittelgehalten vor und nach der Behandlung

Metall	Gehalt vor Behandlung	Gehalt nach A Kohle Behandlung	G e h a l t n a c h Partikelfiltration
Aluminium	600 µg/kg	8 µg/kg	< 1 µg/kg
Bor	48 µg/kg	1,4 µg/kg	1,2 µg/kg
Eisen	2 970 µg/kg	9 µg/kg	< 1 µg/kg

Beispiel 1.2

10

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

250 g Tetraethoxysilan mit erhöhten Fremdmittelgehalten wurden mit je 0,75 g Kieselgur behandelt. Die Fremdmittelgehalten vor und nach der Behandlung wurden
15 mittels ICP-MS bestimmt, vgl. Tabelle 1.2.

Tabelle 1.2

Fremdmittelgehalten vor und nach der Behandlung

Metall	Gehalt vor Behandlung	Gehalt nach Behandlung	G e h a l t n a c h Partikelfiltration
Aluminium	50 µg/kg	28 µg/kg	< 1 µg/kg
Bor	48 µg/kg	1,2 µg/kg	1,2 µg/kg
Eisen	450 µg/kg	61 µg/kg	< 1 µg/kg

20

Beispiel 1.3

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 0,75 g Aktivkohle
 5 behandelt. Der Eisengehalt vor und nach der Behandlung wurde mittels ICP-MS
 bestimmt, vgl. Tabelle 1.3.

Tabelle 1.3

Eisengehalt vor und nach der Behandlung

10

Metall	Gehalt vor Behandlung	Gehalt nach Behandlung	G e h a l t n a c h Partikelfiltration
Eisen	57 µg/kg	3,1 µg/kg	< 1 µg/kg

Beispiel 2

- Tetraethoxysilan wurde kontinuierlich über ein gesintertes Aktivkohleelement (Pall
 15 Schumasorb AC 20, Fläche: 0.11 m², Ø Porenweite: 25 µm) gefördert. Eine Probe
 des über die Adsorberkerze geleiteten Silans wurde in über eine Membranfilter
 (Anatop™ 25 Plus, Disposable Syringe Filter PLUS Integral Prefilter, Porengröße 0,1
 µm) filtriert.

- Die Fremdmittelgehalte vor und nach den einzelnen Behandlungsschritten wurden
 20 mittels ICP-MS bestimmt, vgl. Tabelle 2.

Tabelle 2

Fremdmittelgehalte vor und nach der Behandlung

Metall	Gehalt vor Behandlung	Gehalt nach A Kohle Adsorption	G e h a l t n a c h Partikelfiltration
Bor	7 µg/kg	2 µg/kg	2 µg/kg
Eisen	45 µg/kg	22 µg/kg	4 µg/kg
Kalzium	4 µg/kg	3 µg/kg	< 1 µg/kg

Metall	Gehalt vor Behandlung	Gehalt nach A Kohle Adsorption	G e h a l t n a c h Partikelfiltration
Kupfer	6 µg/kg	6 µg/kg	< 1 µg/kg
Kalium	< 1 µg/kg	< 1 µg/kg	< 1 µg/kg
Natrium	3 µg/kg	2 µg/kg	< 1 µg/kg

Beispiel 3

119,97 g Amberlite XAD 4 wurden in einer 500-ml-Rührapparatur bestehend aus
 5 einem Glasvierhalskolben mit Kühler (Wasser, Trockeneis), Tropftrichter, Rührer,
 Thermometer und Stickstoffanschluss vorgelegt und unter Vakuum (< 1 mbar) und
 ca. 170 °C, 5 Stunden getrocknet, mit trockenem Stickstoff langsam belüftet und
 abgekühlt. Danach erfolgte die Zugabe von 250 ml Trichlorsilan über einen
 Tropftrichter. Der Adsorptionsvorgang wurde bei Raumtemperatur und unter
 10 Normaldruck über 5 h durchgeführt. Das Trichlorsilan wurde zur Abtrennung vom
 Adsorbens über eine Glasfritte (Por. 4, mittlere Porenweite 9 - 15 µm) in einen
 evakuierten 500-ml-Glaskolben mit Ablassvorrichtung gezogen und nach dem
 Belüften mit Stickstoff in eine mit Stickstoff gespülte Schottflasche abgelassen.
 Eine Probe des mit dem Adsorber behandelten Trichlorsilans wurde eine
 15 Membranfilter (Arbortech L# 942, PTFE Membran, Porengröße 0,2 µm) filtriert.
 Die Fremdmetallgehalte vor und nach den einzelnen Behandlungsschritten wurden
 mittels ICP-MS bestimmt, vgl. Tabelle 3.

Tabelle 3

20 Fremdmetallgehalt vor und nach der Behandlung

Metall	Gehalt vor Behandlung	Gehalt nach Adsorption	G e h a l t n a c h Partikelfiltration
Aluminium	130 µg/kg	18 µg/kg	< 1 µg/kg
Bor	1 100 µg/kg	< 5 µg/kg	< 5 µg/kg
Eisen	130 µg/kg	6 µg/kg	< 1 µg/kg

Beispiel 4

- 40,01 g Montmorillonite K 10 wurden in einer 500-ml-Rührapparatur bestehend aus einem Glasvierhalskolben mit Kühler (Wasser, Trockeneis), Tropftrichter, Rührer, Thermometer und Stickstoffanschluss vorgelegt und unter Vakuum (< 1 mbar) und ca. $170\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 Stunden getrocknet, mit trockenem Stickstoff langsam belüftet und abgekühlt. Danach erfolgte die Zugabe von 250 ml Trichlorsilan über einen Tropftrichter. Der Adsorptionsvorgang wurde bei Raumtemperatur und unter Normaldruck über 5 h durchgeführt. Das Trichlorsilan wurde zur Abtrennung vom Adsorbens über eine Glasfritte (Por. 4, mittlere Porenweite $9 - 15\text{ }\mu\text{m}$) in einen evakuierten 500-ml-Glaskolben mit Ablassvorrichtung gezogen und nach dem Belüften mit Stickstoff in eine mit Stickstoff gespülte Schottflasche abgelassen. Eine Probe des mit dem Adsorber behandelten Trichlorsilans wurde eine Membranfilter (Arbortech L# 942, PTFE Membran, Porengröße $0,2\text{ }\mu\text{m}$) filtriert.
- Die Fremdmetallgehalte vor und nach den einzelnen Behandlungsschritten wurden mittels ICP-MS bestimmt, vgl. Tabelle 4.

Tabelle 4**Fremdmetallgehalt vor und nach der Behandlung**

Metall	Gehalt vor Behandlung	Gehalt nach Adsorption	G e h a l t n a c h Partikelfiltration
Aluminium	130 $\mu\text{g/kg}$	$< 1\text{ }\mu\text{g/kg}$	$< 1\text{ }\mu\text{g/kg}$
Bor	1 100 $\mu\text{g/kg}$	$< 5\text{ }\mu\text{g/kg}$	$< 5\text{ }\mu\text{g/kg}$
Eisen	130 $\mu\text{g/kg}$	3,3 $\mu\text{g/kg}$	$< 1\text{ }\mu\text{g/kg}$

Beispiel 5

- 20,17 g Wessalith F 20 wurden in einer 500-ml-Rührapparatur bestehend aus einem Glasvierhalskolben mit Kühler (Wasser, Trockeneis), Tropftrichter, Rührer, Thermometer und Stickstoffanschluss vorgelegt und unter Vakuum (< 1 mbar) und ca. $170\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 Stunden getrocknet, mit trockenem Stickstoff langsam belüftet und

abgekühlt. Danach erfolgte die Zugabe von 250 ml Trichlorsilan über einen Tropftrichter. Der Adsorptionsvorgang wurde bei Raumtemperatur und unter Normaldruck über 5 h durchgeführt. Das Trichlorsilan wurde zur Abtrennung vom Adsorbens über eine Glasfritte (Por. 4, mittlere Porenweite 9 - 15 µm) in einen evakuierten 500-ml-Glaskolben mit Ablassvorrichtung gezogen und nach dem Belüften mit Stickstoff in eine mit Stickstoff gespülte Schottflasche abgelassen.

Eine Probe des mit dem Adsorber behandelten Trichlorsilans wurde eine Membranfilter (Arbortech L# 942, PTFE Membran, Porengröße 0,2 µm) filtriert.

Die Fremdmetallgehalte vor und nach den einzelnen Behandlungsschritten wurden mittels ICP-MS bestimmt, vgl. Tabelle 5.

Tabelle 5

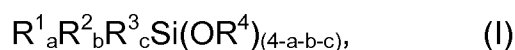
Fremdmetallgehalt vor und nach der Behandlung

Metall	Gehalt vor Behandlung	Gehalt nach Adsorption	G e h a l t n a c h Partikelfiltration
Aluminium	130 µg/kg	66 µg/kg	2,3 µg/kg
Bor	1 100 µg/kg	< 5 µg/kg	< 5 µg/kg
Eisen	130 µg/kg	4,0 µg/kg	< 1 µg/kg

Patentansprüche

1. Verfahren zur Behandlung einer Zusammensetzung, enthaltend mindestens eine Siliciumverbindung sowie mindestens ein Fremdmetall und/oder eine Fremdmetall enthaltende Verbindung,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Zusammensetzung
- in einem ersten Schritt mit mindestens einem Adsorptionsmittel und/oder mindestens einem ersten Filter in Kontakt gebracht wird, und gegebenenfalls
 - in einem weiteren Schritt mit mindestens einem Filter in Kontakt gebracht wird, und
 - Gewinnen der Zusammensetzung, in der der Gehalt des Fremdmetalls und/oder der Fremdmetall enthaltenden Verbindung vermindert ist.
2. Verfahren nach Anspruch 1
dadurch gekennzeichnet,
dass die Siliciumverbindung mindestens ein Organosilan und /oder mindestens ein anorganisches Silan oder eine Mischung eines oder beider Silane enthält.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2
dadurch gekennzeichnet,
dass die Zusammensetzung
- in einem ersten Schritt mit mindestens einem Adsorptionsmittel in Kontakt gebracht wird, das Adsorptionsmittel gegebenenfalls abgetrennt wird und
 - in einem weiteren Schritt filtriert wird, wobei der mindestens eine Filter eine Porengröße von kleiner 5 μm aufweist, insbesondere eine Porengröße kleiner gleich 1 μm , besonders bevorzugt eine Porengröße kleiner gleich 0,1 μm , und
 - Gewinnen der Zusammensetzung, in der der Gehalt des Fremdmetalls und/oder der Fremdmetall enthaltenden Verbindung vermindert ist.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet,
dass der Fremdmetallgehalt und/oder der Gehalt der Fremdmetall enthaltenden
Verbindung jeweils auf unter 50 µg/kg bis 0 µg/kg, insbesondere auf unter
10 µg/kg bis 0 µg/kg, besonders bevorzugt auf unter 5 µg/kg bis 0 µg/kg,
reduziert wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,
dadurch gekennzeichnet,
dass der Gehalt des Fremdmetalls und/oder der Fremdmetall enthaltenden
Verbindung um mindestens 65,0 Gew.-% bis kleiner gleich 100 Gew.-%
vermindert wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
dadurch gekennzeichnet,
dass das Fremdmetall und/oder die Fremdmetall enthaltende Verbindung Bor,
Aluminium, Kupfer, Natrium, Kalium, Lithium, Magnesium, Calcium und/oder
Eisen umfasst, insbesondere Aluminium, Bor und Eisen; oder Bor, Eisen,
Calcium, Kupfer, Kalium und Natrium.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass
mindestens ein Organosilan der allgemeinen Formel I entspricht,

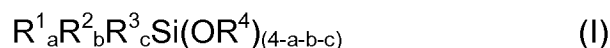


wobei $0 \leq a \leq 3$, $0 \leq b \leq 3$, $0 \leq c \leq 3$ und $a + b + c \leq 3$, R^1 Wasserstoff, eine
lineare, verzweigte und/oder cyclische, gegebenenfalls substituierte Alkyl-
Gruppe mit 1 bis 18 C-Atomen und/oder eine lineare, verzweigte und/oder
cyclische Alkoxy-, Alkoxyalkyl-, Aryloxyalkyl-, 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, insbesondere ist das Organosilan ein Tetraalkoxysilan, ein Alkyltrialkoxysilan, ein Dialkyldialkoxysilan und/oder ein Trialkylalkoxysilan, besonders bevorzugt ist das Organosilan ein Tetraethoxysilan, Tetramethoxysilan, Methyltriethoxysilan, Methyltrimethoxysilan, Dimethyldiethoxysilan und/oder Diethyldiethoxysilan.

8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 6,
dadurch gekennzeichnet,

dass das Organosilan mindestens einem oligomeren oder polymeren Organosiloxan entspricht, das aus der wenigstens teilweisen Hydrolyse und Kondensation von Organosilanen der allgemeinen Formel I erhalten wird,



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-, Alkinyl-, 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.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6,

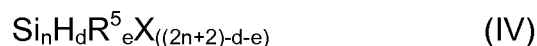
5 dadurch gekennzeichnet,

dass das mindestens eine anorganische Silan ausgewählt ist aus Halogensilanen, Hydrogenhalogensilanen, Organohydrogensilanen, Hydrogensilanen aus mit mindestens einem organischen Rest substituierten Halogensilanen und/oder aus mit mindestens einem organischen Rest substituierten Hydrogenhalogensilanen und/oder Mischungen dieser Silane, insbesondere entspricht das Halogen in den vorgenannten Silanen Chlor.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6

dadurch gekennzeichnet,

15 dass mindestens ein anorganisches Silan der allgemeinen Formel IV entspricht,



wobei $1 \leq n \leq 5$, $0 \leq d \leq 12$, $0 \leq e \leq 12$ und jedes X im Silan voneinander unabhängig einem Halogen und jede Gruppe R^5 im Silan voneinander unabhängig einer linearen, verzweigten und/oder cyclischen Alkyl-Gruppe mit 1 bis 16 C-Atomen, einer Aryl- oder einer Alkylaryl-Gruppe entsprechen.

11. Verfahren nach Anspruch 10,

25 dadurch gekennzeichnet,

dass das anorganische Silan der allgemeinen Formel (IV) mit $n = 1$, $\text{X} = \text{Chlor}$, $0 \leq d \leq 3$, $0 \leq e \leq 3$ und $d + e \leq 3$ und R^5 einer linearen, verzweigten und/oder cyclischen Alkyl-Gruppe mit 1 bis 16 C-Atomen, einer Aryl- oder einer Alkylaryl-Gruppe entspricht.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 10 oder 11,

dadurch gekennzeichnet,

dass das Silan Monosilan, Monochlorsilan, Dichlorsilan, Trichlorsilan, Tetrachlorsilan, Methyltrichlorsilan, Dimethyldichlorsilan und/oder Trimethylchlorsilan ist.

- 5 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 12,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Fremdmittel enthaltende Verbindung ausgewählt ist aus
Metallhalogeniden, Metallhydriden, Metallhydrogenhalogenide, Metalloxide,
Metall Ester, mit organischen Resten substituierten Metallhalogeniden und/oder
10 mit organischen Resten substituierten Metallhydriden.
14. Verwendung eines organischen Harzes, einer Aktivkohle, eines Silikats
und/oder eines Zeolithes zur Reduzierung des Gehaltes eines Fremdmittels
und/oder mindestens einer Fremdmittel enthaltenden Verbindung oder eines
15 Adsorptionsmittels oder partikulärer Verunreinigungen aus Zusammen-
setzungen enthaltend Siliciumverbindungen, insbesondere Organosilane
und/oder anorganische Silane, nach einem der Ansprüche 1 bis 13,
insbesondere in Kombination mit einem oder mehreren Filtern, wobei
mindestens ein Filter eine Porengröße von kleiner 5 μm aufweist, insbesondere
20 mit einer Porengröße kleiner 1 μm , besonders bevorzugt mit einer Porengröße
kleiner gleich 0,1 μm .
15. Verwendung eines Filters mit einer Porengröße von kleiner 5 μm , insbesondere
mit einer Porengröße kleiner 1 μm , besonders bevorzugt mit einer Porengröße
25 kleiner gleich 0,1 μm , zur Reduzierung des Gehaltes eines Fremdmittels
und/oder mindestens einer Fremdmittel enthaltenden Verbindung oder einer
partikulären Verunreinigung aus Zusammensetzungen enthaltend
Siliciumverbindungen, insbesondere Organosilane und/oder anorganische
Silane, nach einem der Ansprüche 1 bis 14,
30
16. Zusammensetzung enthaltend mindestens eine Siliciumverbindung,
insbesondere nach einem der Ansprüche 6 bis 8 oder 9 bis 13, wobei der

Gehalt an Aluminium kleiner 1 µg/kg, der Gehalt an Bor kleiner 5 µg/kg, insbesondere kleiner gleich 2,5 µg/kg, der Gehalt an Eisen kleiner 5 µg/kg, insbesondere kleiner 1 µg/kg, und der Gehalt an Calcium, Kupfer, Kalium und Natrium jeweils kleiner 1 µg/kg ist.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2009/063316

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C07F7/20

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)

C07F

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, CHEM ABS 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 2005/054211 A1 (XU MINDI [US] ET AL) 10 March 2005 (2005-03-10) paragraphs [0014] - [0015] paragraphs [0018], [0026] -----	1-16
X	DE 603 09 058 T2 (RHONE POULENC CHIMIE [FR]) 12 April 2007 (2007-04-12) paragraph [0005] paragraphs [0014] - [0022] -----	1-16

☐ 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

18 December 2009

Date of mailing of the international search report

18/01/2010

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

Bader, Karl Günther

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2009/063316

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2005054211	A1	10-03-2005	NONE
DE 60309058	T2	12-04-2007	AT 342267 T 15-11-2006
		AU 2003269042 A1	03-03-2004
		EP 1554291 A1	20-07-2005
		ES 2270075 T3	01-04-2007
		FR 2843392 A1	13-02-2004
		WO 2004016628 A1	26-02-2004
		US 2006167296 A1	27-07-2006

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2009/063316

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

INV. C07F7/20

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

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

C07F

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, CHEM ABS Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 2005/054211 A1 (XU MINDI [US] ET AL) 10. März 2005 (2005-03-10) Absätze [0014] - [0015] Absätze [0018], [0026] -----	1-16
X	DE 603 09 058 T2 (RHONE POULENC CHIMIE [FR]) 12. April 2007 (2007-04-12) Absatz [0005] Absätze [0014] - [0022] -----	1-16



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"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)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"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

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"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

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

18. Dezember 2009

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

18/01/2010

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

Bader, Karl Günther

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2009/063316

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 2005054211 A1	10-03-2005	KEINE	
DE 60309058 T2	12-04-2007	AT 342267 T	15-11-2006
		AU 2003269042 A1	03-03-2004
		EP 1554291 A1	20-07-2005
		ES 2270075 T3	01-04-2007
		FR 2843392 A1	13-02-2004
		WO 2004016628 A1	26-02-2004
		US 2006167296 A1	27-07-2006