(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 524 348**

(51) Int. Cl.:
C07F 7/18 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.04.2009** **E 09757355 (4)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.09.2014** **EP 2285813**

(54) Título: **Procedimiento para el tratamiento de residuos con contenido en sales de la preparación de organosilanos amino-funcionales**

(30) Prioridad:

03.06.2008 DE 102008002183

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.12.2014

(73) Titular/es:

EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE

(72) Inventor/es:

ALBERT, PHILIPP y
JUST, ECKHARD

(74) Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 524 348 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para el tratamiento de residuos con contenido en sales de la preparación de organosilanos amino-funcionales

La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento para el tratamiento de residuos con contenido en sales tal como resultan en la preparación de un organosilano amino-funcional, mediante reacción de un organosilano halógeno-funcional con amoníaco en exceso o una amina orgánica. Además, la invención se refiere a composiciones con contenido en organosilanos bis- y tris-amino-funcionales especiales y a su uso. Los organosilanos amino-funcionales se denominan también en lo que sigue brevemente aminosilanos. Además, un residuo con contenido en haluro de amonio y/o hidrohaluros de amina orgánicos, tal como resulta en la preparación de organosilanos amino-funcionales mediante reacción de un organosilano halógeno-funcional con amoníaco o una amina orgánica, se denomina aquí y en lo que sigue también brevemente residuo con contenido en sales o, todavía de forma más abreviada, residuo.

Los aminosilanos tienen un espectro de aplicación múltiple. Por ejemplo, se utilizan para el acabado de fibras de vidrio o en la industria de fundición como coadyuvantes de tratamiento, asimismo sirven como inductores de la adherencia para resinas estables al almacenamiento.

Es conocido desde hace tiempo preparar organosilanos amino-funcionales, en particular a partir de organosilanos cloro-funcionales y amoníaco o aminas orgánicas, en este caso se han de separar el cloruro de amonio formado o el hidrocloruro de amina orgánico formado (documentos DE-PS 10 23 462, DE-PS 27 49 316, DE-PS 27 53 124, EP 0 702 017 A2, EP 0 741 137 A2, EP 0 849 271 A2, EP 1 295 889 A2).

En los documentos EP 1 262 484 A2, EP 1 209 162 A2 y DE 101 40 563 A1 se procede de manera que se deja que el procedimiento de preparación discurra a lo largo de diversas etapas de presión, con lo que, entre otros, se pueden reducir las consecuencias de la problemática de apelmazamientos de sales.

Los procedimientos para la preparación de organosilanos amino-funcionales mediante reacción de correspondientes silanos halógeno-organo-funcionales con amoníaco o una amina tienen en común que en este caso precipitan residuos con contenido en sales que, por norma general, se han de eliminar. Dichos residuos pueden contener, por ejemplo, cloruro de amonio, hidrocloruro de 3-aminopropiltrietoxisilano (el denominado hidrocloruro de AMEO), así como hidrocloruro de bis-AMEO o bien hidrocloruro de tris-AMEO, eventualmente correspondientes disiloxanos condicionados por la hidrólisis, etc. La búsqueda de un aprovechamiento de sustancias residuales de este tipo fracasa, por norma general, debido al elevado contenido en cloro de los residuos.

Por lo tanto, la presente invención tenía por misión encontrar una posibilidad adicional para un tratamiento valioso en la preparación de organosilanos amino-funcionales. Un deseo particular consistía en aportar para un aprovechamiento rentable residuos con contenido en sales de la preparación de organosilanos amino-funcionales.

El problema planteado se resuelve, de acuerdo con la invención, de manera correspondiente a los datos de las reivindicaciones.

Sorprendentemente, se encontró que se pueden elaborar hidrocloruros a partir de aminosilanos con una disolución acuosa, fuertemente alcalina, sin hidrolizar una cantidad digna de mención de aminoalcoxisilano presente. El presente procedimiento es aplicable ventajosamente, en general, a todos los organosilanos amino-funcionales. En particular, mediante el mismo se pudo habilitar ventajosamente una posibilidad sencilla y rentable para el tratamiento valioso de un residuo a partir de una síntesis de aminosilano, en particular de un residuo de la destilación de una síntesis de aminosilano.

Así, de manera sorprendente, se encontró que se puede elaborar un residuo procedente de la preparación de un organosilano amino-funcional, con contenido en haluros de amonio y/o hidrohaluros de amina orgánicos, en donde la preparación se basa en la reacción de un organoalcoxisilano halógeno-funcional, preferiblemente cloro-funcional, con amoníaco en exceso o una amina orgánica, preferiblemente bajo presión así como en fase líquida, y subsiguiente separación así como tratamiento de producto bruto y de la sal que precipita, de manera sencilla y rentable añadiendo a dicho residuo opcionalmente primero un disolvente esencialmente no polar orgánico, además una lejía acuosa fuerte, dejando que reaccionen – preferiblemente en este caso se controla el espacio de tiempo de la reacción -, a continuación, después de la configuración de las dos fases, la fase acuosa se separa de la fase orgánica, a partir de la fase orgánica se separa el disolvente orgánico y se obtiene la fase orgánica que permanece en el sumidero. De esta forma se obtiene de una manera sencilla y rentable, ventajosamente después de la filtración de la fase orgánica, una composición con contenido en organosilanos bis- y tris-amino-funcionales muy valiosa, transparente, por norma general de color amarillo a naranja intenso, la cual puede emplearse para muchos casos de aplicación en lugar de organosilanos amino-funcionales no puenteados, ventajosamente con un elevado valor. Además de ello, una composición de este tipo, obtenida según el procedimiento de acuerdo con la invención,

presenta ventajosamente un contenido en cloruro hidrolizable menor que 100 ppm en peso hasta el límite de detección de 6 ppm en peso. Ejemplos de cloruro hidrolizable son, entre otros, hidrocloruros de amina orgánicos, cloruros de amonio, clorosilanos, etc. La determinación del cloruro hidrolizable puede tener lugar, por ejemplo, por potenciografía con nitrato de plata.

Por organosilanos bis- o bien tris-amino-funcionales (designados en lo que sigue también aminas bis- así como tris-sililadas) que resultan como productos secundarios en la preparación de organosilanos amino-funcionales arriba mencionada, se entienden, por norma general, organosilanos puenteados. Para dichos organosilanos amino-funcionales se recogen, a modo de ejemplo, las siguientes fórmulas generales.

Organosilanos amino-funcionales no puenteados, es decir, aminas monosililadas pueden reproducirse por la fórmula general (Ia):

$$R_2N[(CH_2)_2NH]_z(Z)Si(R'')_n(OR')_{3-n} \quad (I),$$

en donde los grupos R son iguales o diferentes y R representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal o ramificado, preferiblemente H o n-butilo, los grupos R' son iguales o diferentes y R' representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, preferiblemente metilo o etilo, los grupos R" son iguales o diferentes y R" representa un grupo alquilo con 1 a 8 de átomos de C, lineal o ramificado tal como metilo, etilo, propilo, butilo, preferiblemente metilo, o un grupo arilo, Z representa un grupo alquilo bivalente de la serie $-CH_2-$, $-(CH_2)_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$ o $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$, preferiblemente propilo, n es igual a 0, 1, 2 ó 3, preferiblemente 0, y z es igual a 0, 1 ó 2,

organosilanos bis-amino-funcionales, es decir, aminas bis-sililadas, pueden representarse mediante la fórmula general (Ib):

$$(R'O)_{3-n}(R'')_nSi(Z)[NH(CH_2)_2]_yNR[(CH_2)_2NH]_z(Z)Si(R'')_n(OR')_{3-n} \quad (Ib),$$

en donde R representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal o ramificado, preferiblemente H o n-butilo, los grupos R' son iguales o diferentes y R' representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, preferiblemente metilo o etilo, los grupos R" son iguales o diferentes y R" representa un grupo alquilo con 1 a 8 de átomos de C, lineal o ramificado tal como metilo, etilo, propilo, butilo, preferiblemente metilo, o un grupo arilo, los grupos Z son iguales o diferentes y Z representa un grupo alquilo bivalente de la serie $-CH_2-$, $-(CH_2)_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$ o $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$, preferiblemente propilo, n, independientemente, es igual a 0, 1, 2 ó 3, preferiblemente 0, e y así como z, independientemente, son iguales a 0, 1 ó 2,

preferiblemente

$(H_3CO)_3Si(CH_2)_3NH(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$ (Bis-AMMO),

$(H_5C_2O)_3Si(CH_2)_3NH(CH_2)_3Si(OC_2H_5)_3$ (Bis-AMEO),

organosilanos tris-amino-funcionales, es decir, aminas tris-sililadas, se reflejan, por norma general, mediante la fórmula general (Ic):

$$[(R'O)_{3-n}(R'')_nSi(Z)[NH(CH_2)_2]_x]_3N \quad (Ic),$$

en donde los grupos R' son iguales o diferentes y R' representa un hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, preferiblemente metilo o etilo, los grupos R" son iguales o diferentes y R" es un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal o ramificado tal como metilo, etilo, propilo, butilo, preferiblemente metilo, o un grupo arilo, los grupos Z son iguales o diferentes y Z representa un grupo alquilo bivalente de la serie $-CH_2-$, $-(CH_2)_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$ o $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$, preferiblemente propilo, n, independientemente, es igual a 0, 1, 2 ó 3, preferiblemente 0, y x, independientemente, es igual a 0, 1 ó 2,

preferiblemente

$[(H_3CO)_3Si(CH_2)_3]_3N$ (Tris-AMMO),

$[(H_5C_2O)_3Si(CH_2)_3]_3N$ (Tris-AMEO).

Por consiguiente, objeto de la presente invención es un procedimiento para el tratamiento de un residuo procedente de la preparación de un organosilano amino-funcional, con contenido en haluros de amonio y/o hidrohaluros de amina orgánicos de la fórmula general (Ia)

$$R_2N[(CH_2)_2NH]_z(Z)Si(R'')_n(OR')_{3-n} \quad (Ia),$$

en donde los grupos R son iguales o diferentes y R representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal o ramificado, los grupos R' son iguales o diferentes y R' representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, los grupos R" son iguales o diferentes y R" representa un grupo alquilo con 1 a 8 de átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, Z representa un grupo alquilo bivalente de la serie $-CH_2-$, $-(CH_2)_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$ o $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$, n es igual a 0, 1, 2 ó 3, y z es igual a 0, 1 ó 2,

en donde la preparación del organosilano amino-funcional conforme a la fórmula (Ia) se basa en la reacción de un organosilano halógeno-funcional de la fórmula general (II)

$$X\text{-}Z\text{-}Si(R'')_n(OR')_{3-n} \qquad (II),$$

en donde X representa Cl, Br o J, preferiblemente Cl, Z representa un grupo alquilo bivalente de la serie $-CH_2-$, $-(CH_2)_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$ o $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$, preferiblemente propilo, los grupos R' son iguales o diferentes y R' representa un hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, preferiblemente metilo o etilo, los grupos R" son iguales o diferentes y R" representa un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado tal como metilo, etilo, propilo, butilo, preferiblemente metilo, o un grupo arilo, y n es igual a 0, 1, 2 ó 3, preferiblemente 0,

con amoníaco en exceso o una amina orgánica de la fórmula general (III)

$$RNH[(CH_2)_2NH]_zR \qquad (III),$$

en donde los grupos R son iguales o diferentes y R representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal o ramificado, preferiblemente H o n-butilo, y z es igual a 0, 1 ó 2,

y subsiguiente separación así como tratamiento del producto bruto y de la sal precipitada, resultando un residuo con contenido en haluros de amonio y/o hidrohaluros de amina orgánicos, preferiblemente un residuo procedente del tratamiento destilativo del producto bruto,

en que

- al citado residuo se le añade un disolvente orgánico esencialmente no polar y una lejía acuosa,
- se le deja reaccionar, preferiblemente bajo una norma de tiempo definida,
- a continuación, se separa la fase acuosa de la fase orgánica,
- a partir de la fase orgánica se separa el disolvente orgánico y
- se obtiene la fase orgánica remanente.

Como organoalcoxisilano halógeno-funcional de la fórmula general (II) se emplea preferiblemente, pero no de manera exclusiva, 3-cloropropiltrimetoxisilano, 3-cloropropiltrietoxisilano, 3-cloropropilmetildimetoxisilano o 3-cloropropil-metildietoxisilano. Sin embargo, también se pueden utilizar otros cloroalquilalcoxisilanos, por ejemplo 3-cloropropildietilmetoxisilano o 3-cloropropilmetilpropiletoxisilano.

Además, en la preparación de alcoxisilanos organoalquil-funcionales de la fórmula general (Ia) se puede emplear, en lugar del amoníaco ya mencionado, ventajosamente una amina orgánica de la fórmula general (III), por ejemplo, pero no exclusivamente, metilamina, dimetilamina, etilamina, dietilamina o propilamina.

En dichos procedimientos de preparación para organosilanos amino-funcionales se forman residuos, es decir, hidrohaluros o bien sales halogenadas. El proceso puede explicarse a modo de ejemplo por las siguientes ecuaciones:

$$Cl(CH_2)_3Si(OMe)_3 + 2\ NH_3 = H_2N(CH_2)_3Si(OMe)_3 + [NH_4]^+Cl^-$$

$$3\ Cl(CH_2)_3Si(OMe)_3 + 4\ NH_3 = H_2N(CH_2)_3Si(OMe)_3 + [H_2N[(CH_2)_3Si(OMe)_3]_2]^+Cl^- + 2\ [NH_4]^+Cl^-$$

$$4\ Cl(CH_2)_3Si(OMe)_3 + 5\ NH_3 = H_2N(CH_2)_3Si(OMe)_3 + [HN[(CH_2)_3Si(OMe)_3]_3]^+Cl^- + 3\ [NH_4]^+Cl^-$$

El residuo procedente de la separación de sales del procedimiento de preparación de aminosilano puede presentarse en forma sólida o líquida y precipita preferiblemente en una unidad de cristalización y/o en un tratamiento destilativo del producto bruto.

El residuo a elaborar de acuerdo con la invención puede mezclarse opcionalmente primero con un disolvente orgánico esencialmente no polar, preferiblemente elegido de la serie hexano, heptano, octano, ciclohexano, en particular tolueno, así como otros disolventes no polares y a continuación, en particular bajo una buena mezcladura a fondo, con una lejía acuosa, preferiblemente una lejía fuerte con un valor del pH de al menos 12, de manera particularmente preferida de 13 a 14. El valor del pH puede determinarse de una manera en sí conocida por el experto en la materia, p. ej. mediante papel de pH. Como lejía se utiliza preferiblemente una lejía de NaOH o KOH.

La concentración de la lejía acuosa puede elegirse de manera que la fase acuosa alcanza, después del tratamiento, un valor del pH de 12. Se han de preferir valores de pH superiores a 12. El volumen de la fase acuosa puede determinarse mediante la cantidad de NaCl formada durante el tratamiento y, por norma general, depende del contenido en cloruro libre de la materia prima.

De manera adecuada, la mezcla, así obtenida, se deja que reaccione con agitación hasta durante 30 minutos, preferiblemente durante 15 segundos a 10 minutos, de manera particularmente preferida durante 20 segundos a 5 minutos, de manera muy particularmente preferida durante 25 segundos a 3 minutos, en particular durante 30 segundos a 1 minuto.

Preferiblemente, el tratamiento se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 5 a 100ºC, de manera particularmente preferida de 10 a 60ºC y de manera muy particularmente preferida entre 20 y 40ºC. En este caso, se trabaja preferiblemente en una caldera con agitador caldeable/refrigerable con un fondo que termina en punta de forma cónica incluida la salida del fondo y una ventana de visualización. La caldera y el mecanismo agitador están hechos preferiblemente de un material anticorrosivo, por ejemplo acero noble o acero esmaltado.

Por norma general, ya después de un breve tiempo de reposo se configuran dos fases que se presentan nítidamente separadas una de otra. Después de la configuración de las dos fases, se puede dejar salir la fase acuosa de la fase orgánica a través de la válvula del fondo de la caldera y, de esta forma, se puede separar de la fase orgánica.

La fase acuosa contiene, por norma general, la sal formada en la reacción en forma disuelta, por consiguiente, la fase acuosa contiene, en el caso del empleo de lejía de sosa, por ejemplo NaCl disuelto. De manera adecuada, la fase acuosa separada debería presentar, además de ello, todavía un valor de pH de al menos 12.

La fase orgánica puede transformarse entonces en otra unidad de separación, por ejemplo en una destilación, o puede conducirse a través de un evaporador de capa delgada o bien a través de un evaporador de corto recorrido. Allí se separa preferiblemente el disolvente orgánico, preferiblemente tolueno, de manera adecuada mediante separación a presión reducida.

En el sumidero queda la fase orgánica, la cual, para la obtención de una composición con contenido en organosilanos bis- y tris-amino-funcionales, se filtra y/o destila de manera adecuada. De esta forma se puede obtener, de acuerdo con la invención, una composición con contenido en organosilanos bis- y tris-amino-funcionales muy valiosa, transparente, por norma general de color amarillo a naranja intenso, la cual puede emplearse ventajosamente para muchos casos de aplicación en lugar de organosilanos amino-funcionales no puenteados.

La fase orgánica obtenible según el procedimiento de acuerdo con la invención puede, sin embargo, someterse también a una destilación de precisión, con el fin de obtener de esta manera los respectivos componentes individuales de la fase orgánica obtenida de acuerdo con la invención.

En particular, en el caso del procedimiento conforme a la invención se puede proceder como sigue:

Preferiblemente,

- A) se hace reaccionar un organosilano halógeno-funcional de la fórmula general (II)

$$X\text{-}Z\text{-}Si(R'')_n(OR')_{3-n} \qquad (II),$$

en donde X representa Cl, Br o J, Z representa un grupo alquilo bivalente de la serie $-CH_2-$, $-(CH_2)_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$ o $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$, los grupos R' son iguales o diferentes y R' representa un hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, los grupos R" son iguales o diferentes y R" representa un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, y n es igual a 0, 1, 2 ó 3,

con amoníaco en exceso o una amina orgánica de la fórmula general (III)

$$RNH[(CH_2)_2NH]_zR \qquad (III),$$

en donde los grupos R son iguales o diferentes y R representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal o ramificado, preferiblemente H o n-butilo, y z es igual a 0,1 ó 2,

bajo presión y aumento de la temperatura, preferiblemente a 10 hasta 100 bar y 10 a 120ºC, en fase líquida,

- B) a continuación, se separa amoníaco en exceso o amina orgánica, por ejemplo mediante separación por cromatografía de resolución instantánea o bien destilación, permaneciendo completamente disuelto en la fase líquida el haluro de amonio o el hidrohaluro de amina orgánico,

- C) la fase líquida, así obtenida, se transfiere a un cristalizador,
en donde el cristalizador se hace funcionar en una etapa de presión más baja que la etapa de reacción precedente, se separa haluro de amonio o bien hidrohaluro de amina orgánico y producto bruto.

- D) del producto bruto se obtiene, mediante destilación, al menos un organosilano amino-funcional conforme a la fórmula (Ia),

- E) se añade al residuo de la destilación un disolvente orgánico no polar y una lejía acuosa fuerte, se mezcla y se deja reaccionar, a continuación la fase acuosa con contenido en sal se separa de la fase orgánica, el disolvente orgánico se separa por destilación de la fase orgánica y se filtra opcionalmente la fase orgánica que permanece en el sumidero para la obtención de una composición con contenido en organosilanos bis- y tris-amino-funcionales, véanse para ello las fórmulas (Ib) y (Ic).

De esta forma se puede obtener con un alto valor de manera ventajosa una composición con contenido en aminas bis- y tris-sililadas de las fórmulas (Ib) y (Ic) a partir del residuo de la destilación del producto bruto (D), a desechar de lo contrario.

Preferiblemente, el procedimiento de acuerdo con la invención se lleva a cabo en la preparación de 1-aminometiltrimetoxisilano, 1-aminometiltrietoxisilano, 1-aminometil-metildimetoxisilano, 1-aminometil-metildietoxisilano, 2-aminoetiltrimetoxisilano, 2-aminoetiltrietoxisilano, 3-aminopropiltrimetoxisilano (AMMO), 3-aminopropiltrietoxisilano (AMEO), 3-aminopropilmetildimetoxisilano, 3-aminopropilmetildietoxisilano, N-metil-3-aminopropiltrimetoxisilano, N-metil-3-aminopropiltrietoxisilano, N-butil-3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropildimetilmetoxisilano, 3-aminopropildimetiletoxisilano, 3-aminopropiltrimetilsilano, 3-amino-2-metilpropiltrimetoxisilano, 3-amino-2-metilpropiltrietoxisilano, N-[2-amino-etil]-3-aminopropiltrimetoxisilano (DAMO), N-[2-aminoetil]-3-aminopropiltrietoxisilano, N-[2-aminoetil]-3-aminopropil-metildimetoxisilano, N-[2-aminoetil]-3-aminopropilmetildietoxisilano, N,N-bis[2-aminoetil]-3-aminopropiltrimetoxisilano, N,N-bis[2-aminoetil]-3-aminopropiltrietoxisilano, N-[2-aminoetil]-N'-[2-aminoetil]-3-aminopropil-trimetoxisilano, N-[2-aminoetil]-N'-[2-aminoetil]-3-aminopropiltrietoxisilano, por nombrar sólo unos cuantos ejemplos, véase la fórmula (1a), y composiciones correspondientes que contienen organosilanos bis- y tris-amino-funcionales, es decir, una composición que contiene las correspondientes aminas bis- y tris-sililadas conformes a las fórmulas generales (Ib) y (Ic).

Para la realización preferida de las etapas de procedimiento precedentemente expuestas, en particular de las etapas A a D, se remite adicionalmente a los contenidos de los documentos EP 1 295 889 A2, EP 1 209 162 A2, DE 101 40 563 A1 y EP 0 849 271 A2.

En el caso de la forma de realización preferida del procedimiento de acuerdo con la invención, precedentemente descrita, en general se puede hacer reaccionar un organosilano halógeno-funcional de la fórmula general (II) con amoníaco en exceso o una amina orgánica de la fórmula general (III) bajo presión y aumento de la temperatura en fase líquida. A continuación, el amoníaco en exceso o la amina orgánica se puede separar bajo presión, por ejemplo mediante separación por cromatografía de resolución instantánea o bien destilación, permaneciendo el haluro de amonio o el hidrohaluro de amina orgánico resultante en este caso, de manera adecuada disuelto por completo en la fase líquida. La fase líquida, así obtenida, puede entonces transferirse a un cristalizador, disponiendo en el cristalizador un líquido orgánico o de silicio orgánico o una mezcla a base de dichos líquidos, preferiblemente tolueno o hexano, heptano, octano, ciclohexano o una mezcla de los mismos, y haciendo funcionar el cristalizador a una etapa de presión menor que la etapa de reacción precedente. Por norma general, en este caso, las cantidades residuales de amoníaco o amina orgánica son separadas por destilación eventualmente de manera adicional mediante una aportación de energía controlada en temperatura. Sin embargo, el cristalizador puede también enfriarse. La sal con contenido en haluro de amonio o hidrohaluro de amina orgánico que resulta aquí en el cristalizador puede entonces separarse del producto bruto, por ejemplo mediante filtración y el organosilano amino-funcional puro puede obtenerse de manera en sí conocida a partir del producto bruto. Para ello se lleva a cabo, por norma general, una destilación eventualmente fraccionada, la cual se puede hacer funcionar bajo presión normal o bajo presión reducida. En el caso de que se emplee una amina orgánica, el residuo de sal procedente del cristalizador se puede conducir, ventajosamente, junto con el residuo procedente de la destilación. A continuación, los residuos precipitados se pueden tratar, conforme a la invención, de manera individual o conjunta. Así, para la obtención de una composición bis- y tris-amino-funcional se puede añadir a dicho residuo, de una manera sencilla y rentable, un disolvente orgánico esencialmente no polar y una lejía acuosa fuerte, eventualmente regulando la temperatura, mezclando y dejando que reaccionen, preferiblemente de manera controlada. A continuación, la fase acuosa, que de manera ventajosa ha absorbido la sal de forma prácticamente cuantitativa, se puede separar de la fase orgánica, y de la fase orgánica se retira el disolvente, preferiblemente a presión reducida. Para la obtención de

una composición con contenido en organosilanos bis- y tris-amino-funcionales, véanse las fórmulas generales (Ib) y (Ic), puede filtrarse, además, la fase orgánica que permanece en el sumidero, por ejemplo mediante filtros o una centrífuga. También en este caso puede quedar un residuo con contenido en haluros de amonio o bien hidrohaluro de amina, el cual se puede ventajosamente reciclar y, en particular, conducir junto con el residuo procedente del cristalizador y/o de la destilación y tratar conforme a la invención.

Por consiguiente, se puede obtener según el procedimiento de acuerdo con la invención una composición con contenido en organosilanos bis- y tris-amino-funcionales.

En particular, se obtiene una composición con un contenido de 70 a 98% en moles, preferiblemente 80 a 95% en moles, de manera particularmente preferida de 88 a 91% en moles de organosilanos bis-amino-funcionales, 0 a 20% en peso, preferiblemente 0,5 a 15% en moles, de manera particularmente preferida 4 a 8% en moles, de manera muy particularmente preferida 4 a 6% en moles de organosilanos tris-amino-funcionales, 1 a 20% en moles, preferiblemente 3 a 15% en moles, de manera particularmente preferida 4 a 6% en moles de los denominados disiloxanos así como < 20 ppm en peso de haluro hidrolizable, preferiblemente < 6 ppm en peso hasta el límite de detección, en cada caso referido a la composición total. Además de ello, la composición puede contener pequeñas cantidades de amina monosililada, por norma general de 0 a 10% en moles, por ejemplo 0,1, 0,5, 1, 1,5, 2 a 5% en moles, referido a la composición.

Una composición de este tipo obtenida de una sustancia residual, tratada de manera sencilla y rentable, puede utilizarse entonces ventajosamente, con un alto valor, como inductor de la adherencia, como componente en sistemas de revestimiento, como componente en pinturas y barnices, como coadyuvante de perforaciones, como agente o como aditivo en la obtención y el transporte de petróleo tal como se desprende, por ejemplo, de los documentos WO 05/124100, WO 05/124099, US 4.498.538, US 4.580.633 así como US 2004/0177957 A1, en calidad de agente o en un agente para consolidar o reticular capas de terreno particularmente ricas en arena, como componente en resinas epoxídicas así como fenólicas, así como componente en materiales sintéticos, como componente en vidrios orgánicamente modificados, para la modificación de superficies de fibras de vidrio y minerales, para el refuerzo de fibras de vidrio de materiales sintéticos, como componente en acabados y para el tratamiento de cargas y pigmentos, así como en calidad de aditivo en masas de pegamento y de sellado – por nombrar sólo algunos ejemplos de aplicación ventajosos -.

El rendimiento para la obtención de aminosilanos aprovechables mediante el tratamiento de dichos residuos según el procedimiento de acuerdo con la invención se encuentra de manera ventajosa en aproximadamente 98% y superior.

La presente invención se explica con mayor detalle mediante el siguiente ejemplo, sin limitar el objeto.

Ejemplos:

Método analítico mediante titulación potenciográfica directa de cloruro hidrolizable con nitrato de plata:

Intervalo de aplicación
6 – 1000 mg / kg

Productos químicos

agua	: agua destilada o desionizada
ácido acético	: p. ej. > 99,8% (ácido acético glacial), tiempo de conservación 5 años
etanol	: desnaturalizado, tiempo de conservación 10 años
nitrato de plata	: 0,1 mol/l, disolución de calibrado, p. ej. lista para ser utilizada de Merck, tiempo de conservación: 2 años, después de la fisura inicial, 2 meses
nitrato de plata	: 0,01 mol/l o bien 0,005 mol/l, disolución de calibrado, se prepara mediante dilución de la disolución a partir de 6,4, tiempo de conservación, 2 meses
cloruro de sodio	: 0,01 mol/l, disolución de calibrado, tiempo de conservación: 6 meses preparación de la disolución de calibrado a partir de una ampolla, p. ej. Titrisol7 de Merck con c(NaCl) = 0,1 mol/l

Aparatos y software

vasos de precipitado de 150 ml, forma alta
probetas graduadas de 10 ml, 25 ml y 100 ml
dispositivo automático de titulación, p. ej. Metrohm 682 con electrodo de referencia de varilla de plata y de

Ag/AgCl
mecanismo agitador magnético y varillita agitadora revestida con teflón

Prescripción de trabajo

La cantidad de muestra correspondiente se añade a un vaso de precipitado de 150 ml y se mezcla con 20 ml de etanol y 80 ml de ácido acético. A continuación, se titula por potenciografía con disolución de nitrato de plata. Con las mismas cantidades de reactivo se determina un valor ciego.

Evaluación

El procesador de titulación se programa, por norma general, de modo que después de la titulación, la porción en masa de cloruro se expresa directamente en mg/kg.

Para ello, así como para la evaluación manual sirve la siguiente fórmula:

$$\frac{(V_T - V_{Bl}) \times c_{AgNO3} \times 35{,}5 \times 1\,000}{E} = \text{mg } Cl^- / \text{kg}$$

V_T = consumo de disolución de $AgNO_3$ en ml
V_{Bl} = consumo ciego determinado de disolución de $AgNO_3$ en ml
c_{AgNO3} = concentración de la disolución de $AgNO_3$ en mol/l
35,5 = masa molar de cloruro en g/mol
1000 = factor de conversión en g/kg
E = peso neto en g

Determinación del valor del pH:

La determinación de valores del pH tuvo lugar mediante varillas indicadoras del valor de pH (razón social Merck).

Ejemplo 1 (EJ/V35/06)

500 g del residuo de color pardo con un contenido en cloruro de 7,2% en peso procedente del procedimiento de preparación de AMEO conforme al documento DE 101 40 563 A1 se mezclaron en un sistema de aparatos de agitación a 50ºC con 250 ml de tolueno y se enfriaron hasta 25ºC. A continuación, se añadió una disolución de NaOH (62 g de NaOH, 200 g de H_2O), y la disolución se agitó intensamente durante 30 segundos. La separación de fases tuvo lugar de manera espontánea. Se dejó salir la fase acuosa. El NaCl estaba disuelto por completo en la fase acuosa y se midió un valor del pH de 14. La fase orgánica se liberó de tolueno en vacío a 80ºC. El producto se filtró.
Se obtuvo un líquido transparente y de color amarillo parduzco con un contenido en cloruro hidrolizable de < 6 ppm en peso. El análisis de CG con patrón internó proporcionó 88% en peso de bis-AMEO, 8,0% en peso de tris-AMEO. Del espectro de ^{29}Si-RMN se pudo deducir un contenido en disiloxano de 5,6% en moles. El rendimiento ascendió a 95%.
La hidrólisis o bien condensación se examinó mediante ^{29}Si-RMN. Sólo se pudo comprobar un pequeño aumento de las estructuras M de 4,4% en moles a 5,6% en moles, es decir, durante el tratamiento acuoso apenas se manifestó una hidrólisis y una condensación.

Ejemplo 2 (EJ/V32/06)

500 g del residuo de color amarillo con un contenido en cloruro de 7,5% en peso procedente del procedimiento de preparación de AMEO conforme al documento DE 101 40 563 A1 se mezclaron en un sistema de aparatos de agitación a 50ºC con 250 ml de tolueno y se enfriaron hasta 25ºC. A continuación, se añadió una disolución de NaOH (62 g de NaOH, 150 g de H_2O), y la disolución se agitó intensamente durante 30 segundos. La separación de fases tuvo lugar de manera espontánea. Se dejó salir la fase acuosa. En la fase acuosa se encontraban todavía pequeñas cantidades de NaCl sólido y el valor del pH de la fase acuosa ascendió a 14. La fase orgánica se liberó de tolueno en vacío a 80ºC. El producto se filtró.
Se obtuvo un líquido transparente y de color amarillo con un contenido en cloruro de 9,0 ppm en peso. El análisis de CG con patrón internó proporcionó 81,8% en peso de bis-AMEO, 5,7% en peso de tris-AMEO. Del espectro de ^{29}Si-RMN se pudo deducir un contenido en disiloxano de 4% en moles. El rendimiento ascendió a 98%.

Ejemplo 3 (EJ/V33/06)

500 g del residuo de color amarillo con un contenido en cloruro de 7,1% en peso procedente del procedimiento de preparación de AMEO conforme al documento DE 101 40 563 A1 se mezclaron en un sistema de aparatos de agitación a 50ºC con 250 g de tolueno y se enfriaron hasta 25ºC. A continuación, se añadió una disolución de NaOH (25,6 g de NaOH, 180 g de H_2O), y la disolución se agitó intensamente durante 30 segundos. La separación de fases tuvo lugar de manera espontánea. Se dejó salir la fase acuosa. En la fase acuosa se encontraban todavía pequeñas cantidades de NaCl sólido y el valor del pH de la fase acuosa ascendió a 14. La fase orgánica se liberó de tolueno en vacío a 80ºC. El producto se filtró.
Se obtuvo un líquido transparente y de color amarillo con un contenido en cloruro de < 6,0 ppm en peso. El análisis de CG con patrón internó proporcionó 88,1% en peso de bis-AMEO, 8,0% en peso de tris-AMEO. Del espectro de ^{29}Si-RMN se pudo deducir un contenido en disiloxano de 5,3% en moles. El rendimiento ascendió a 96%.

Ejemplo 4 (EJ/V40/06)

125 g del residuo de color amarillo con un contenido en cloruro de 6,1% en peso procedente del procedimiento de preparación de AMEO conforme al documento DE 101 40 563 A1 se mezclaron en un sistema de aparatos de agitación a 50ºC con 31,25 g de tolueno y se enfriaron hasta 25ºC. A continuación, se añadió una disolución de NaOH (15,5 g de NaOH, 50 g de H_2O), y la disolución se agitó intensamente durante 30 segundos. La separación de fases tuvo lugar de manera espontánea. Se dejó salir la fase acuosa. El NaCl resultante estaba disuelto por completo en la fase acuosa y el valor del pH de la fase acuosa ascendió a 14. La fase orgánica se liberó de tolueno en vacío a 80ºC, y el producto se filtró. Se obtuvo un líquido transparente y de color amarillo con un contenido en cloruro hidrolizable de 30 ppm en peso. El análisis de CG con patrón internó proporcionó 64,6% en peso de bis-AMEO, 6,6% en peso de tris-AMEO. Del espectro de ^{29}Si-RMN se pudo deducir un contenido en disiloxano de 8,4% en moles. El rendimiento ascendió a 89%.

Ejemplo 5 (EJ/V76/06)

546,8 g de un residuo de color amarillo consistente en hidrocloruro de AMEO, bis-AMEO y tris-AMEO, con un contenido en cloruro de 5,2% en peso se mezclaron en un sistema de aparatos de agitación a 50ºC con 273,4 g de tolueno y se enfriaron hasta 25ºC. A continuación, se añadió una disolución de NaOH (67,8 g de NaOH, 219,0 g de H_2O), y la disolución se agitó intensamente durante 30 segundos. La separación de fases tuvo lugar de manera espontánea. Se dejó salir la fase acuosa. El NaCl resultante estaba disuelto por completo en la fase acuosa y el valor del pH de la fase acuosa ascendió a 14. La fase orgánica se liberó de tolueno en vacío a 80ºC. El producto se filtró.
Se obtuvo un líquido transparente y de color amarillo con un contenido en cloruro hidrolizable de < 6 ppm en peso. El análisis de CG con patrón internó proporcionó 19,0% en peso de AMEO, 56,0% en peso de bis-AMEO, 12,0% en peso de tris-AMEO. Del espectro de ^{29}Si-RMN se pudo deducir un contenido en disiloxano de 9,9% en moles. El rendimiento ascendió a 92%.

Ejemplo 6 (EJ/V80/06)

286,0 g de un residuo de color amarillo consistente en hidrocloruro de AMEO, bis-AMEO y tris-AMEO, con un contenido en cloruro de 6,2% en peso se mezclaron en un sistema de aparatos de agitación a 50ºC con 143 g de tolueno y se enfriaron hasta 25ºC. A continuación, se añadió una disolución de NaOH (35,5 g de NaOH, 114,6 g de H_2O), y la disolución se agitó intensamente durante 30 segundos. La separación de fases tuvo lugar de manera espontánea. Se dejó salir la fase acuosa. El NaCl resultante estaba disuelto por completo en la fase acuosa y el valor del pH de la fase acuosa ascendió a 14. La fase orgánica se liberó de tolueno en vacío a 80ºC. El producto se filtró.
Se obtuvo un líquido transparente y de color amarillo con un contenido en cloruro hidrolizable de 40 ppm en peso. El análisis de CG con patrón internó proporcionó 32,0% en peso de AMEO, 46,6% en peso de bis-AMEO, 12,4% en peso de tris-AMEO. Del espectro de ^{29}Si-RMN se pudo deducir un contenido en disiloxano de 8,1% en moles. El rendimiento ascendió a 93%.

Ejemplo 7 (EJ/V82/06)

242,1 g de un residuo de color amarillo consistente en hidrocloruro de AMEO, bis-AMEO y tris-AMEO, con un contenido en cloruro de 7,3% en peso se mezclaron en un sistema de aparatos de agitación a 50ºC con 143,2 g de tolueno y se enfriaron hasta 25ºC. A continuación, se añadió una disolución de NaOH (35,5 g de NaOH, 114,6 g de H_2O), y la disolución se agitó intensamente durante 30 segundos. La separación de fases tuvo lugar de manera espontánea. Se dejó salir la fase acuosa. El NaCl resultante estaba disuelto por completo en la fase acuosa y el valor del pH de la fase acuosa ascendió a 14. La fase orgánica se liberó de tolueno en vacío a 80ºC. El producto se filtró.
Se obtuvo un líquido transparente y de color amarillo con un contenido en cloruro hidrolizable de 9 ppm en peso. El análisis de CG con patrón internó proporcionó 19,4% en peso de AMEO, 52,6% en peso de bis-AMEO, 26,5% en

peso de tris-AMEO. Del espectro de ^{29}Si-RMN se pudo deducir un contenido en disiloxano de 6,3% en moles. El rendimiento ascendió a 95%.

Ejemplo 8 (EJ/V91/06)

125,0 g de un residuo de color amarillo consistente en hidrocloruro de bis-AMMO y tris-AMMO, con un contenido en cloruro de 9,1% en peso se mezclaron en un sistema de aparatos de agitación a 50ºC con 125 g de tolueno y se enfriaron hasta 25ºC. A continuación, se añadió una disolución de NaOH (15,5 g de NaOH, 50,0 g de H_2O), y la disolución se agitó intensamente durante 30 segundos. La separación de fases tuvo lugar de manera espontánea. Se dejó salir la fase acuosa. Tras la adición de 10 g de H_2O, el NaCl resultante estaba disuelto por completo en la fase acuosa y el valor del pH de la fase acuosa ascendió a 14. La fase orgánica se liberó de tolueno en vacío a 80ºC. El producto se filtró.
Se obtuvo un líquido transparente y de color amarillo con un contenido en cloruro hidrolizable de < 6 ppm en peso. El análisis de CG con patrón internó proporcionó 81,2% en peso de bis-AMMO, 7,0% en peso de tris-AMMO. El rendimiento ascendió a 90%.

Ejemplo 9 (EJ/V84/06)

266,3 g de un residuo de color amarillo consistente en hidrocloruro de DAMO, bis-DAMO y tris-DAMO, con un contenido en cloruro de 6,6% en peso se mezclaron en un sistema de aparatos de agitación a 50ºC con 155,6 g de ciclohexano y se enfriaron hasta 25ºC. A continuación, se añadió una disolución de NaOH (33,0 g de NaOH, 106,5 g de H_2O), y la disolución se agitó intensamente durante 30 segundos. La separación de fases tuvo lugar de manera espontánea. Se dejó salir la fase acuosa. El NaCl resultante estaba disuelto por completo en la fase acuosa y el valor del pH de la fase acuosa ascendió a 14. La fase orgánica se liberó de tolueno en vacío a 80ºC. El producto se filtró.
Se obtuvo un líquido transparente y de color amarillo con un contenido en cloruro hidrolizable de 720 ppm en peso. El análisis de CG con patrón internó proporcionó 23,2% en peso de DAMO, 56,2% en peso de bis-DAMO, 5,6% en peso de tris-DAMO. El rendimiento ascendió a 85%.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para el tratamiento de un residuo procedente de la preparación de un organosilano amino-funcional, con contenido en haluros de amonio y/o hidrohaluros de amina orgánicos, de la fórmula general (I)

$$R_2N[(CH_2)_2NH]_z(Z)Si(R'')_n(OR')_{3-n} \quad (Ia),$$

en donde los grupos R son iguales o diferentes y R representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal o ramificado, los grupos R' son iguales o diferentes y R' representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, los grupos R" son iguales o diferentes y R" representa un grupo alquilo con 1 a 8 de átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, Z representa un grupo alquilo bivalente de la serie $-CH_2-$, $-(CH_2)_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$ o $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$, n es igual a 0, 1, 2 ó 3, y z es igual a 0, 1 ó 2,

en donde la preparación del organosilano amino-funcional conforme a la fórmula (Ia) se basa en la reacción de un organosilano halógeno-funcional de la fórmula general (II)

$$X\text{-}Z\text{-}Si(R'')_n(OR')_{3-n} \quad (II),$$

en donde X representa Cl, Br o J, Z representa un grupo alquilo bivalente de la serie $-CH_2-$, $-(CH_2)_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$ o $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$, los grupos R' son iguales o diferentes y R' representa un hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, los grupos R" son iguales o diferentes y R" representa un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, y n es igual a 0, 1, 2 ó 3,

con amoníaco en exceso o una amina orgánica de la fórmula general (III)

$$RNH[(CH_2)_2NH]_zR \quad (III),$$

en donde los grupos R son iguales o diferentes y R representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal o ramificado, y z es igual a 0, 1 ó 2,

y subsiguiente separación así como tratamiento del producto bruto y del residuo con contenido en sal precipitado, en que

- al residuo se le añade un disolvente orgánico esencialmente no polar y una lejía acuosa,
- se le deja reaccionar,
- a continuación, se separa la fase acuosa de la fase orgánica,
- a partir de la fase orgánica se separa el disolvente orgánico y
- se obtiene la fase orgánica remanente.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que se elabora el residuo con contenido en haluros de amonio y/o hidrohaluros de amina orgánicos, tal como resulta en un tratamiento destilativo del producto bruto.

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por que al residuo procedente del tratamiento destilativo del producto bruto se agrega, con agitación, el disolvente orgánico, además, se añade una lejía acuosa fuerte, se deja reaccionar bajo buena mezcladura a fondo hasta durante 30 minutos y, a continuación, se permite la formación de dos fases.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que como disolvente orgánico se emplea tolueno.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que como lejía acuosa se emplea una lejía de sodio o potasio.

6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que se emplea una lejía acuosa con un valor del pH de 12 a 14.

7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que después de la adición de la lejía, la mezcla, así obtenida, se deja reaccionar con agitación a lo largo de 10 segundos hasta 30 minutos.

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que después de la adición de la lejía se deja reaccionar a una temperatura en el intervalo de 5 a 100ºC.

9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que el disolvente orgánico se separa por destilación de la fase orgánica a presión reducida.

10. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que se filtra la fase orgánica que permanece después de la separación de fases.

11. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, en el que

- A) se hace reaccionar un organosilano halógeno-funcional de la fórmula general (II)

$$X\text{-}Z\text{-}Si(R'')_n(OR')_{3-n} \qquad (II),$$

en donde X representa Cl, Br o J, Z representa un grupo alquilo bivalente de la serie $-CH_2-$, $-(CH_2)_2-$, $-(CH_2)_3-$, $-(CH_2)_4-$ o $-(CH_2)(CH)CH_3(CH_2)-$, los grupos R' son iguales o diferentes y R' representa un hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, los grupos R" son iguales o diferentes y R" representa un grupo alquilo con 1 a 8 átomos de C, lineal o ramificado, o un grupo arilo, y n es igual a 0, 1, 2 ó 3,

con amoníaco en exceso o una amina orgánica de la fórmula general (III)

$$RNH[(CH_2)_2NH]_zR \qquad (III),$$

en donde los grupos R son iguales o diferentes y R representa hidrógeno (H) o un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal o ramificado, y z es igual a 0,1 ó 2,

bajo presión y aumento de la temperatura, en fase líquida,

- B) a continuación, se separa amoníaco en exceso o amina orgánica, permaneciendo en este caso completamente disuelto en la fase líquida el haluro de amonio o el hidrohaluro de amina orgánico,

- C) la fase líquida, así obtenida, se transfiere a un cristalizador, en donde el cristalizador se hace funcionar en una etapa de presión más baja que la etapa de reacción precedente, se separa haluro de amonio o bien hidrohaluro de amina orgánico y producto bruto.

- D) del producto bruto se obtiene, mediante destilación, al menos un organosilano amino-funcional conforme a la fórmula (Ia),

y

- E) se añade al residuo de la destilación un disolvente orgánico no polar y una lejía acuosa fuerte, se mezcla y se deja reaccionar, a continuación la fase acuosa con contenido en sal se separa de la fase orgánica, el disolvente orgánico se separa por destilación de la fase orgánica, opcionalmente se filtra la fase orgánica que permanece en el sumidero y se obtiene el producto.