

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 643 948**

51 Int. Cl.:

C08L 83/08 (2006.01)
C09D 4/00 (2006.01)
C09D 183/08 (2006.01)
C04B 41/49 (2006.01)
C23C 22/28 (2006.01)
C08K 5/09 (2006.01)
C04B 41/00 (2006.01)
C03C 17/30 (2006.01)
C04B 41/64 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.07.2008 PCT/EP2008/058509**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **12.03.2009 WO09030538**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.07.2008 E 08774643 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.08.2017 EP 2183321**

54 Título: **Sistemas de silanos acuosos basados en bis(trialcoxisililalquil)aminas**

30 Prioridad:

28.08.2007 DE 102007040807
01.02.2008 DE 102008007261

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.11.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

ALBERT, PHILIPP;
JUST, ECKHARD;
WASSMER, CHRISTIAN y
STANDKE, BURKHARD

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 643 948 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

Sistemas de silanos acuosos basados en bis(trialcoxisililalquil)aminas

La invención se refiere a una composición acuosa de compuestos de silicio bis-aminofuncionales que está esencialmente exenta de disolventes orgánicos y que, tampoco durante la reticulación, libera ya esencialmente alcohol alguno, así como a procedimientos para su preparación, al igual que también a su uso, por ejemplo, para la hidrofobización u oleofobización de superficies metálicas o de vidrio. Un interés creciente lo encuentran sistemas de silanos acuosos que contienen menos o bien ningún disolvente orgánico y, por lo tanto, son menos contaminantes. No obstante, sistemas de silanos acuosos estables no se pueden preparar simplemente mediante mezclado de silanos con agua, dado que muchos silanos no son solubles en la fase acuosa y se hidrolizan y condensan al contacto con el agua.

Por ejemplo, el documento DE 10 2005 004 872 A1 describe la preparación de emulsiones acuosas de aceite en agua basadas en alcoxisilanos y sus polímeros condensados en presencia de un emulsionante. La emulsión se prepara en un homogeneizador a alta presión. Las emulsiones acuosas pasan a emplearse en el caso del tratamiento de superficies de, p. ej., materiales de construcción minerales porosos. En el caso de la aplicación, se siguen liberando alcoholes mediante la hidrólisis. La preparación de aminopolisiloxanos solubles en agua se describe en el documento EP 0 590 270 A2. Los aminosilanos se mezclan en una disolución alcohólica al 50% con una cantidad correspondiente de agua que corresponde al contenido en silicio 0,25 a 4 veces molar de los silanos empleados y se hidrolizan a 60°C. Bajo las condiciones del procedimiento mencionadas se producen precipitaciones en el caso de utilizar grandes cantidades de agua durante la síntesis de los hidrolizados. Los productos obtenidos son solubles a continuación en agua. Lo desventajoso de ello es el elevado contenido en disolventes orgánicos y el punto de inflamación bajo que va acompañado con ello. El endurecimiento de una mezcla de polisiloxanos acuosa diluida tiene lugar a 80°C.

El documento DE 103 35 178 A1 da a conocer la preparación de sistemas de silanos diluibles en agua, p. ej., una mezcla a base de 3-aminopropiltrialcoxisilano y bis(trialcoxisililpropil)amina en disolventes alcohólicos. Esta mezcla de silanos se hidroliza parcialmente con una cantidad molar definida de agua. La mezcla de silanos no está exenta de VOC (compuesto orgánico volátil) con un contenido en alcohol de 25 a 99,99%.

En el documento US 5 051 129 se da a conocer una composición de una disolución acuosa de un aminosilano soluble en agua y un alquiltrialcoxisilano. La preparación tiene lugar mediante la adición de una cantidad definida de agua a la mezcla de silanos y la subsiguiente regulación en temperatura a 60°C. La mezcla de silanos, así preparada, se disuelve en agua en una relación determinada y sirve para la hidrofobización de superficies.

El documento EP 0 716 128 A1 da a conocer composiciones con contenido en organopolisiloxano basadas en agua, procedimientos para su preparación, así como también su uso. Mediante la mezcla de aminoalquilalcoxisilanos solubles en agua con alquiltrialcoxisilanos y/o dialquildialcoxisilanos y la adición de agua a un valor del pH definido resultan composiciones con contenido en organopolisiloxano. El alcohol de la hidrólisis resultante se separa por destilación. Por lo tanto, se obtienen composiciones con contenido en polisiloxano acuosas exentas de VOC que pueden emplearse para la hidrofobización de superficies, materiales de construcción minerales y otras aplicaciones.

El documento EP 1 031 593 A2 da a conocer sistemas de silanos acuosos consistentes en productos de la reacción de aminoalquiltrialcoxisilanos y bis-sililaminosilanos. Estas disoluciones acuosas, basadas en la hidrólisis única de bis-sililaminosilanos, no deben ser aplicables, dado que tienden a la gelificación y a la floculación.

En el documento WO 00/39177 A2 se describe el uso de bis-sililaminosilanos y/o bis-sililpolisulfanos en disoluciones acuosas con contenido en alcoholes. Los silanos se mezclan con agua, un alcohol y, opcionalmente, ácido acético y se hidrolizan durante al menos 24 h. A continuación, tiene lugar la aplicación sobre metales.

El documento US 6.955.728 B1 describe el uso de acetoxisilanos en combinación con otros silanos en disoluciones acuosas y la aplicación sobre metales. Entre otros, se emplean también bis(trialcoxisililpropil)aminas en combinación con acetoxisilanos. No se hace afirmación alguna sobre la estabilidad de las disoluciones acuosas. Para la venta se aconsejan concentrados no hidrolizados en forma de un sistema de 2 componentes o bien de un concentrado anhidro previamente mezclado, con el fin de impedir una condensación de los silanos. Las disoluciones acuosas contienen siempre después de la mezcla el alcohol de la hidrólisis.

El documento WO 2006/010666 A1 se refiere a sistemas acuosos a base de co-condensados de bloques que se preparan a partir de alquiltrialcoxisilanos y un co-condensado a base de un silano fluorado con un aminosilano y eventualmente un co-condensado a base de un aminosilano con un alquilsilano.

En el documento WO 2004/076717 A1 se emplean bis-sililaminosilanos en combinación con otros silanos y un quelato de metal en disoluciones acuosas. Los silanos se hidrolizan en parte a través de un envejecimiento de al menos 2 semanas en concentrados acuosos. A continuación, se añade un quelato de metal y se continúa diluyendo con agua. Además de ello, todas las formulaciones acuosas siguen conteniendo el alcohol procedente de la hidrólisis. Los sistemas acuosos se emplean para el tratamiento previo de superficies metálicas.

El documento WO 2004/076718 A1 se refiere a un procedimiento para el revestimiento de una superficie metálica con una disolución acuosa que contiene un silano parcialmente hidrolizado tal como, p. ej., bis-sililaminosilano y un silano con contenido en flúor parcialmente hidrolizado. Mediante el empleo del silano con contenido en flúor se mejora la hidrofobia y la resistencia a la corrosión del sistema de revestimiento. El alcohol de la hidrólisis no se separa de los sistemas.

El documento US 5 206 285 describe la preparación y el uso de productos de adición basados en agua a base de un epoxisilano y un aminosilano primario. Los sistemas de silanos acuosos no están exentos de disolventes. Se emplean para el revestimiento de metales y han de mejorar la resistencia a la corrosión.

En el documento EP 1 760 128 A1 se da a conocer una composición inductora de la adherencia acuosa consistente en dos componentes, comprendiendo uno de los componentes organosiloxanos sin enlaces Si-O-Si y un tensioactivo anhidro y siendo el segundo componente acuoso. Además, se reivindica su uso en procedimientos para el pegado o la estanqueización. Un componente del inductor de la adherencia puede contener un bis-sililaminosilano.

El documento DE 10 2004 037 045 A1 reivindica materiales nanocompuestos de silano acuosos que se preparan a partir de glicidiloxipropilalcoxisilanos y soles de sílice acuosos en presencia de un catalizador de la hidrólisis. Los sistemas acuosos están prácticamente exentos de disolvente y son adecuados para revestimientos de metales. Lo desventajoso son las elevadas temperaturas de reticulación de 200°C.

Misión de la presente invención era proporcionar composiciones acuosas y exentas de VOC a base de alcoxisilanos bis-aminofuncionales, que puedan ser empleadas de diversas maneras, en particular presenten buenas propiedades hidrofóbicas, protectoras frente a la corrosión y/o de imprimación y que se reticulen preferiblemente a bajas temperaturas.

El problema se resuelve de acuerdo con las reivindicaciones.

Sorprendentemente, se encontró que se pueden obtener composiciones acuosas estables, esencialmente exentas de alcoholes, basadas en compuestos de silicio a base de alcoxisilanos bis-aminofuncionales con alcoxisilanos organofuncionales, en particular con alcoxisilanos alquilfuncionales, presentándose los compuestos de silicio en particular en esencia totalmente hidrolizados. Además, estas composiciones se reticulan ya a bajas temperaturas.

Por reticulación se entiende la condensación de los compuestos de silicio entre sí y, en particular, la condensación con funcionalidades de sustratos. Con ello, y eventualmente mediante interacciones o reacciones tales como, por ejemplo, una formación de complejos, de las funciones amino de los compuestos de silicio con funcionalidades de sustratos se forman capas estables resistentes al agua de coacción.

Aplicado sobre una placa de vidrio, superficie metálica u otras superficies de sustratos, la composición con contenido en co-condensados se reticula rápidamente con el sustrato y forma una capa hidrofóbica de elevada resistencia mecánica. Así, los sistemas de silano reticulados a la temperatura ambiente no se desprenden tampoco de nuevo en agua hirviendo de la superficie de vidrio o metálica. También sistemas de silanos basados en co-condensados a base de alcoxisilanos bis-aminofuncionales tales como bis(trietoxisilil)amina o bien bis(trimetoxisilil)amina, con n-propiltrimetoxisilano, n-propiltrimetoxisilano (PTMO), 3-glicidiloxipropiltrimetoxisilano (GLYEO) 3-glicidiloxipropiltrimetoxisilano (GLYMO), 3-aminopropiltrimetoxisilano (AMEO), 3-aminopropiltrimetoxisilano (AMMO), metacrililoxipropiltrimetoxisilano (MEEEO), metacrililoxipropiltrimetoxisilano (MEMO), N-(n-butil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, viniltrimetoxisilano (VTMO), N-(n-butil)-3-aminopropiltrimetoxisilano (Dynasytan® 1189), 3-mercaptopropiltrimetoxisilano (MTMO), 3-mercaptopropiltrimetoxisilano (MTEO), N-2-aminoetil-3-aminopropiltrimetoxisilano (DAMO), alcoxisilanos funcionalizados con polietilenglicol, tetraetoxisilano (Dynasytan A), tetraetoxisilano (Dynasytan M), metiltrimetoxisilano (MTES), metiltrimetoxisilano (MTMS), bis(trietoxisililpropil)tetrasulfano (Si 69), bis(trietoxisililpropil)disulfano (Si 266), bis(trimetoxisililpropil)disulfano, bis(trimetoxisililpropil)tetrasulfano, viniltrimetoxisilano (VTEO), 1-aminometiltrimetoxisilano, 1-aminometiltrimetoxisilano, 1-metacrililoxi-metiltrimetoxisilano, 1-metacrililoximetiltrimetoxisilano, 1-mercaptopetil-trietoxisilano, 1-mercaptopetiltrimetoxisilano, isobutiltrimetoxisilano, isobutiltrimetoxisilano, octiltrimetoxisilano (Dynasytan® OTEO), octiltrimetoxisilano, hexadeciltrimetoxisilano, hexadeciltrimetoxisilano, feniltrimetoxisilano, feniltrimetoxisilano, 2-aminoetil-3-aminopropil-metildimetoxisilanos, 2-aminoetil-3-aminopropilmetildietoxisilanos,

ureidopropiltrimetoxisilano, ureidopropiltriethoxisilano, tridecafluorooctiltriethoxisilano, tridecafluorooctiltrimetoxisilano, Dynasylan® 1151 (hidrolizado de aminosilano exento de alcohol), Dynasylan® HS 2627 (co-condensado exento de alcohol a base de aminosilano y alquilsilano), Dynasylan® HS 2776 (co-condensado acuoso exento de alcohol a base de diaminosilano y alquilsilano), Dynasylan® HS 2909 (co-condensado acuoso exento de alcohol a base de aminosilano y alquilsilano), Dynasylan® HS 2926 (producto acuoso exento de alcohol basado en epoxisilano) Dynasylan® SIVO 110 (producto acuoso exento de alcohol basado en epoxisilano), presentan esta elevada resistencia mecánica sobre una capa de sustrato.

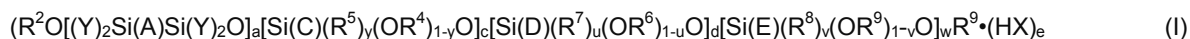
De particular relevancia es el hecho de que la hidrofobia y reactividad de la superficie endurecida pueda ser ajustada de manera preestablecida mediante la combinación especial de los silanos. Sin embargo, la premisa es siempre la presencia de al menos un compuesto bis-aminofuncional o bien sus productos de hidrólisis y/o condensación en la composición esencialmente exenta de disolvente tal como, por ejemplo, de bis(trialcoxisilano)amina, con el fin de obtener la baja temperatura de endurecimiento. Por lo tanto, incluso los sistemas de silanos acuosos a base de alcoxisilanos sustituidos de otra forma se endurecen a bajas temperaturas, en la medida en que como otro componente esté presente un compuesto bis-aminofuncional. Incluso mediante la co-condensación con fluorosilanos se pueden preparar sistemas de silanos acuosos que se endurecen a la temperatura ambiente, es decir, en particular, se reticulan con las funcionalidades reactivas de la superficie del sustrato y/o pasan a formar parte de interacciones o reacciones y forman superficies oleofóbicas estables.

De acuerdo con una forma de realización es posible, mediante el uso de la composición acuosa con contenido en compuestos de silicio bis-aminofuncionales, esencialmente exenta de disolvente, de acuerdo con la invención, conjuntamente en mezclas con otros sistemas de silanos, modificar positivamente las propiedades del producto de estos sistemas de silanos. Por ejemplo, la temperatura de endurecimiento de estos sistemas de silanos puede reducirse sin una influencia desventajosa sobre el comportamiento.

El espectro de aplicación de los sistemas de silano acuosos de acuerdo con la invención es muy variado, así pueden emplearse en forma de agentes de hidrofobización sobre los sustratos más diversos tales como, p. ej., vidrio u hormigón, ladrillo, piedra arenisca, etc. En la combinación con fluorosilanos - como co-condensado o mezcla - pueden obtenerse, además, sustratos con propiedades oleofóbicas anti-grafiti y/o anti-huella dactilar. Otros sectores de aplicación resultan en la imprimación de superficies de sustratos tales como, por ejemplo, vidrio, metal, hormigón, piedra arenisca, ladrillo y otros sustratos inorgánicos, etc. Mediante la imprimación de, p. ej., superficies metálicas, se consigue la adherencia de la capa de cubrición y, con ello, también una protección mejorada frente a la corrosión. Además de ello, los sistemas de silanos acuosos a base de compuestos de silano bis-aminofuncionales pueden emplearse también para la consolidación de la piedra o en formulaciones de barniz acuosas.

Los contenidos indicados en lo que sigue en porcentaje en peso en la composición (producto final) reproducen la proporción del o de los compuestos de alcoxisilano empleados antes de la reacción de acuerdo con la invención y de la separación del alcohol de la hidrólisis a partir de la mezcla de reacción.

Composiciones de acuerdo con la invención, denominadas en lo que sigue también sistemas de silanos, contienen compuestos de silicio bis-aminofuncionales solubles en agua, en particular compuestos de silicio exentos de grupos alcoxi, y agua, en particular los compuestos de silicio se derivan de alcoxisilanos y presentan elementos estructurales reticulantes que forman estructuras en forma de cadena, cíclicas, reticuladas y/o reticuladas en el espacio, correspondiendo, por ejemplo, al menos una a la estructura en forma idealizada de la fórmula general I o bien pudiendo prepararse conforme a la fórmula I idealizada, véase también el esquema I,



en donde en los elementos estructurales derivados de alcoxisilanos

- A corresponde a un radical bis-aminoalquilo,
- C corresponde a un radical alquilo,
- D corresponde a un radical epoxi o éter y
- E corresponde a un radical organofuncional,
- Y corresponde a OR^1 o en estructuras reticuladas y/o reticuladas en el espacio, independientemente uno de otro, a OR^1 u $O_{1/2}$,
- en donde R^1 , R^2 , R^4 , R^6 y/o R^9 corresponden a hidrógeno y R^3 , R^5 , R^7 y/o R^8 corresponden a radicales organofuncionales,
- HX representa un ácido, siendo X un radical ácido inorgánico u orgánico,
- con $0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$, $0 \leq u \leq 1$, $v = 0$ o 1 , $a \geq 1$, $c \geq 0$, $d \geq 0$, $w \geq 0$, $e \geq 0$, en particular, $e \geq 1$, y $(a+c+d+w) \geq 2$,

- estando la composición exenta de disolventes orgánicos y no liberando ya alcohol alguno durante la reticulación, siendo el contenido en disolventes orgánicos menor que 5% en peso y presentando un valor del pH entre 1 y 5,4.

En particular, la composición presenta un punto de inflamación por encima de 90°C.

5 Por un elemento estructural, una unidad de siloxano o bis-siloxano monomérica, se entiende en la presente memoria la unidad constructiva individual M, D, T o Q, es decir, el silano alcoxi-sustituido, el silano hidrolizado formado a partir de la misma y/o el producto de condensación. Conforme a la invención, los elementos estructurales forman, en particular, los siguientes elementos estructurales $[(Y)_2Si(A)Si(Y)_2O]_a$, $(Y)[(Y)_2Si(A)Si(Y)_2O]_a$, $[Si(C)(R^5)_y(OR^4)_{1-y}O]_c$, $[Si(C)(R^5)_y(OR^4)_{1-y}O]R^4_c$, $[Si(D)(R^7)_u(OR^6)_{1-u}O]_d$, $[Si(D)(R^7)_u(OR^6)_{1-u}O]R^6_d$, $[Si(E)(R^8)_v(OR^9)_{1-v}O]_w$ y/o $[Si(E)(R^8)_v(OR^9)_{1-v}O]_wR^9$, estructuras reticuladas y/o reticuladas en el espacio en forma de cadena, cíclicas, con una
10 distribución estadística y/o desordenada de los elementos estructurales y/o condensados de bloques de los elementos estructurales, véase, por ejemplo, el esquema I. La fórmula general I no reproduce la estructura o composición realmente presente. Corresponde a una posibilidad de representación idealizada. La composición contiene preferiblemente compuestos de silicio que resultan mediante la co-hidrólisis y/o co-condensación y/o condensación de bloques estadística y/o desordenada de los elementos estructurales mencionados basados en los
15 alcoxisilanos sustituidos de acuerdo con la invención con los radicales A, C, D o E, y/o que se forman bajo las condiciones de ensayo elegidas.

El modelo de sustitución es válido correspondientemente también para los sistemas de silanos/compuestos de silicio en forma de cadena, cíclicos, reticulados y/o reticulados en el espacio, no representados de forma idealizada, correspondiendo Y a un OR^1 o, en estructuras reticuladas y/o reticuladas en el espacio, independientemente uno de
20 otro, a OR^1 u $O_{1/2}$ - en un enlace siloxano -, R^1 , R^2 , R^4 , R^6 y/o R^9 corresponden esencialmente a hidrógeno, pudiendo formarse en estructuras reticuladas y/o reticuladas en el espacio también a partir de los radicales OR^2 , OR^4 , OR^6 y/o OR^9 , en cada caso independientemente uno de otro, enlaces siloxano con $O_{1/2}$ o bien pudiendo presentarse estos radicales independientemente entre sí como $O_{1/2}$, y R^3 , R^5 , R^7 y/o R^8 corresponden a radicales organofuncionales, A a un radical bis-aminoalquilo, B a un radical aminoalquilo, C a un radical alquilo, D a un radical epoxi o éter y E a un
25 radical organofuncional. En el esquema I se representan a modo de ejemplo, de manera no excluyente, posibles variantes de preparación idealizadas de la fórmula general I.

Esquema I: Posibles variantes de representación idealizadas, no representadas de forma concluyente, a modo de ejemplo de la Fórmula general I



Por composición que está esencialmente exenta de disolventes orgánicos se han de entender composiciones que, a excepción de contenidos muy bajos, ya no contienen disolventes orgánicos, en particular alcoholes tales como metanol, etanol o propanol. Conforme a la definición, casi se separó por completo de estas composiciones también el alcohol de la hidrólisis formado en la hidrólisis de los alcoxisilanos. Como esencialmente exenta de disolventes orgánicos, en particular exenta de alcoholes y/o grupos alcoxi, es decir, tampoco durante la reticulación se libera ya esencialmente alcohol alguno, se considera una composición cuando el contenido asciende a menos de 5% en peso, en particular a menos de 4% en peso, preferiblemente por debajo de 2% en peso, en particular por debajo de 1% en peso, de manera particularmente preferida por debajo de 0,5% en peso o por debajo de 0,1% en peso. En particular, el contenido del compuesto de silicio asciende a 1 a 40% en peso, en particular a 5 hasta 40% en peso, preferiblemente a 7,5 a 40% en peso, de manera particularmente preferida a 12,5 a 40% en peso.

Composiciones bis-aminofuncionales de acuerdo con la invención contienen al menos un elemento estructural bis-aminofuncional basado en un silano bis-aminofuncional de la fórmula II y reticulan a temperaturas a partir de 0°C, en particular a partir de 5°C, preferiblemente entre 5 y 30°C, de manera particularmente preferida entre 15 y 25°C. Composiciones con extraordinarias propiedades reticulan entre 5 y 30°C en el espacio de 24 horas, en particular en el espacio de 12 horas, preferiblemente en el espacio de 2 horas.

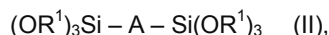
Composiciones bis-aminofuncionales de acuerdo con la invención contienen al menos un elemento estructural bis-aminofuncional basado en una bis(trialcoxisilil)amina, siendo los numeradores de los elementos estructurales $a \geq 1$, $c \geq 1$, $d \geq 0$, $w \geq 0$ y $e \geq 1$. Se prefieren combinaciones de al menos una bis(trialcoxisililalquil)amina, bis-N,N'-(trialcoxisililalquil)alquilendiamina y/o bis-N,N'-(trialcoxisililalquil)dialquilentriamina, en particular de bis(trietoxisililpropil)-amina $((H_5C_2O)_3Si(CH_2)_3NH(CH_2)_3Si(OC_2H_5)_3$, bis-AMEO), bis(trimetoxisililpropil)-amina $((H_3CO)_3Si(CH_2)_3NH(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$, bis-AMMO), bis-DAMO $((H_3CO)_3Si(CH_2)_3NH(CH_2)_2NH(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$ y/o bis-TRIAMO $((H_3CO)_3Si(CH_2)_3NH(CH_2)_2NH(CH_2)_2NH(CH_2)_3Si(OCH_3)_3$, siendo particularmente preferida bis(trietoxisilil-propil)amina $((H_5C_2O)_3Si(CH_2)_3NH(CH_2)_3Si(OC_2H_5)_3$, bis-AMEO), con un alquilalcoxisilano, en particular con n-propiltriethoxisilano (PTEO), n-propiltrimetoxisilano (PTMO), dimetildimetoxisilano (DMDMO), dimetildietoxisilano, n-octiltrialcoxisilano, isobutiltrimetoxisilano, isobutiltriethoxisilano, octiltriethoxisilano (Dynasylan® OTEO), octiltrimetoxisilano, hexadeciltriethoxisilano, hexadeciltrimetoxisilano, feniltrimetoxisilano, feniltriethoxisilano y/o metiltriethoxisilano, pudiendo estar sustituidos los silanos tanto con metoxi como con etoxi. Relaciones ponderales convenientes en las que se emplean los eductos entre sí y se presentan entonces también de manera correspondiente en la composición, son silano bis-aminofuncional a silano alquilfuncional de 3:1 a 1:2.

Preferiblemente, los compuestos de silicio se presentan en la composición con un contenido total de 5 a 35% en peso o también de 7,5 a 35% en peso, en particular de 12,5 a 35% en peso, preferiblemente con 15 a 35% en peso, de manera particularmente preferida con 15 a 30% en peso. También puede ser conveniente una composición con un contenido de 1 a 12,5% en peso en particular de 1 a 7,5% en peso del compuesto de silicio, esto puede tener lugar, en particular, mediante dilución adicional de la composición, por ejemplo poco antes de su uso como agente para el tratamiento y/o la modificación de sustratos.

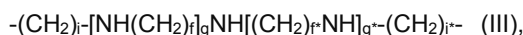
Si la composición a base de silanos con $a \geq 1$ y b, c y $d = 0$ o de silanos con $a \geq 1$ y $b \geq 1$ y $c, d = 0$, los compuestos de silicio se presentan en la composición preferiblemente con un contenido total de 12,5, preferiblemente de 15 a 35% en peso, de manera particularmente preferida de 15 a 30% en peso.

En donde, en general, todas las composiciones son particularmente estables cuando el valor del pH se encuentre en el intervalo entre 1,0 y 5,4, en particular 3,0 y 5,4, preferiblemente entre 3,0 y 4,8, de manera particularmente preferida entre 3,5 y 4,8. Convenientemente, en las composiciones esencialmente exentas de disolvente, las cuales durante la reticulación tampoco liberan ya alcohol alguno, el valor del pH puede ajustarse también de manera que los compuestos de silicio sigan siendo todavía solubles en agua y/o estables. Por norma general, esto puede darse hasta un valor del pH de aproximadamente 6,0 o también un poco por encima.

En las composiciones de acuerdo con la invención, A en un elemento estructural tal como $[(Y)_2Si(A)Si(Y)_2O]_a$, en particular en la fórmula general I, corresponde a un radical bis-aminoalquilo derivado de la fórmula general II



representando A un grupo bis-aminofuncional de la fórmula III



en donde i, i^*, f, f^*, g o g^* son iguales o diferentes, con i y/o $i^* = 0$ a 8, f y/o $f^* = 1, 2$ o 3, g y/o $g^* = 0, 1$ o 2 y R^1 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, cíclico y/o ramificado, correspondiendo i y/o i^* , en particular, a uno de los números 1, 2, 3 o 4, preferiblemente a 3, de manera particularmente preferida a

bis(trietoxisililpropil)-amina $((\text{H}_5\text{C}_2\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$, Bis-AMEO) con $i, i^* = 3$ y $g, g^* = 0$. Otros alcoxisilanos bis-aminofuncionales preferidos son:

- 5 $(\text{H}_3\text{CO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ (bis-AMMO),
 $(\text{H}_3\text{CO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ (bis-DAMO),
 $(\text{H}_3\text{CO})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ (bis-TRIAMO),
 bis(dietoximetilsililpropil)amina, bis(dimetoximetilsililpropil)amina, bis(trietoxisililmetil)amina,
 bis(trimetoxisililmetil)amina, bis(dietoximetilsililmetil)amina, bis(dimetoximetilsililmetil)amina,
 $(\text{H}_3\text{CO})_2(\text{CH}_3)\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{CH}_3)$ y/o
 $(\text{H}_3\text{CO})_3(\text{CH}_3)\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{CH}_3)$.

- 10 Además, C en un elemento estructural, por ejemplo en $[\text{Si}(\text{C})(\text{R}^5)_y(\text{OR}^4)_{1-y}\text{O}]$, en la composición de acuerdo con la invención, en particular en la fórmula general I, corresponde a un radical alquilo derivado de la fórmula general VI



- con $y = 0$ o 1 , correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 20 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R^5 a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o a un radical arilo, R^4 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal y/o ramificado. Preferiblemente, $y = 0$ o 1 , en donde C corresponde a un radical alquilo con 1 a 8 átomos de C lineal, o ramificado, preferiblemente a un radical metilo, etilo, de manera particularmente preferida n-propilo, iso-propilo u octilo, R^5 corresponde a un radical alquilo con 1 a 8 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, preferiblemente a un radical metilo, etilo, de manera particularmente preferida n-propilo, iso-propilo y/u octilo, y R^4 corresponde a un radical alquilo con 1 a 3 átomos de C lineal y/o ramificado, de manera particularmente preferida a un radical metilo, etilo y/o iso-propilo o n-propilo.

- Ejemplos de ellos son propiltrimetoxisilano (PTMO), dimetildimetoxisilano (DMDMO), dimetildietoxisilano, metiltrietoxisilano (MTES), propilmetildimetoxisilano, propilmetildietoxisilano, n-octil-metil-dimetoxisilano, n-hexil-metil-dimetoxisilano, n-hexil-metil-dietoxisilano, propil-metil-dietoxisilano, propil-metil-dietoxisilano, propitrietoxisilano, isobutiltrimetoxisilano, isobutil-trietoxisilano, octiltrimetoxisilano, octiltrietoxisilano, n-hexil-trietoxisilano, ciclohexil-trietoxisilano, n-propil-tri-n-butoxpsilano, n-propil-trimetoxisilano, n-propil-trietoxisilano, isobutil-trietoxisilano, hexadeciltrimetoxisilano, hexadeciltrimetoxisilano, octadeciltrimetoxisilano, octadeciltrimetoxisilano, octadecilmetildietoxisilano, octadecilmetildimetoxisilano, hexadecilmetildimetoxisilano y/o hexadecilmetildietoxisilano, así como mezclas de estos silanos.

- 25 En las composiciones de acuerdo con la invención, D en un elemento estructural, por ejemplo en $[\text{Si}(\text{D})(\text{R}^7)_u(\text{OR}^6)_{3-u}\text{O}]$, corresponde, en particular en la fórmula general I, a un radical epoxi o éter derivado de la fórmula general VII



- con $u = 0$ o 1 , en donde D corresponde a un radical 3-glicidoxialquilo, 3-glicidoxipropilo, epoxialquilo, epoxicicloalquilo, polialquilglicolalquilo o a un radical polialquilglicol-3-propilo, R^7 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y R^6 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal y/o ramificado. Convenientemente, el radical polialquilglicol se elige del grupo polietilenglicol-3-propilo (PEG-propilo), polipropilenglicol-3-propilo, polimetilenglicol-3-propilo o de co-polímeros con grupos propilenglicol y etilenglicol, por ejemplo con una distribución estadística o polímeros de bloques, presentando los grupos polialquilenglicol preferiblemente un grado de distribución medio de aproximadamente 3 a 14 grupos alquilenglicol por molécula.

- 40 E en un elemento estructural, por ejemplo como elemento estructural $[\text{Si}(\text{E})(\text{R}^8)_v(\text{OR}^9)_{3-v}\text{O}]_w\text{R}^9$ de la composición de acuerdo con la invención, en particular en la fórmula general I, corresponde a un radical organofuncional derivado de la fórmula general VIII



- 45 con $v = 0$ o 1 , en donde R^8 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, en donde E corresponde a un radical $\text{R}^{8*}-\text{Y}_m-(\text{CH}_2)_s-$ y R^{8*} corresponde a un radical alquilo con 1 a 9 átomos de C monofluorado, oligofluorado o perfluorado o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, además, Y corresponde a un radical CH_2 , O, arilo o S, y m es $= 0$ o 1 y s es $= 0$ o 2 y/o E corresponde a un radical vinilo, alilo, isopropenilo, a un radical mercaptoalquilo, a un radical sulfanalquilo, a un radical ureidoalquilo, a un radical acriloxialquilo o a un radical alcoxi con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, y R^9 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico. De acuerdo con una forma de realización preferida, E corresponde a un grupo $\text{F}_3\text{C}(\text{CF}_2)_r(\text{CH}_2)_s$, en donde r representa un número entero de 0 a 9, s es igual a

0 o 2, de manera particularmente preferida, r es igual a 5 y s es igual a 2, a un grupo $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2$ o a un grupo $\text{CF}_3(\text{C}_6\text{H}_4)$ o a un grupo C_6F_5 . De acuerdo con una forma de realización conveniente, E corresponde a un radical sulfanalquilo de la fórmula general IX, con $-(\text{CH}_2)_q\text{-X-(CH}_2)_q\text{-Si(R}^8)_v(\text{OR}^9)_{3-v}$ (IX), en donde $q = 1, 2$ o 3 , $\text{X} = \text{S}_p$, en donde p es por término medio 2 o bien 2,18 o por término medio 4 o bien 3,8, con una distribución de 2 a 12 átomos de azufre en la cadena y v, R^8 y R^9 están definidos como antes. Los silanos resultantes, en los que E corresponde a la fórmula general IX, pueden ser, por ejemplo, bis(trietoxisililpropil)disulfano (Si 266), bis(trimetoxisililpropil)disulfano, bis(trietoxisililpropil)tetrasulfano (Si 69), bis(trimetoxisililpropil)terasulfano, bis(trietoxisililmetil)disulfano, bis(trimetoxisililmetil)disulfano, bis(trietoxisililpropil)disulfano, bis(dietoximetilsililpropil)disulfano, bis(dimetoximetilsililpropil)disulfano, bis(dimetoximetilsililmetil)disulfano, bis(dietoximetilsililmetil)disulfano, bis(dietoximetilsililpropil)tetrasulfano, bis(dimetoximetilsililpropil)tetrasulfano, bis(dimetoximetilsililmetil)tetrasulfano y/o bis(dietoximetilsililmetil)tetrasulfano. De acuerdo con otra forma de realización conveniente, E corresponde a un radical metoxi, etoxi, iso-propoxi o n-propoxi, en donde $v = 0$, de modo que el compuesto de la fórmula general VIII corresponde a un tetraalcoxisilano. Tetraalcoxisilanos habituales son tetrametoxisilano o tetraetoxisilano.

Compuestos particularmente preferidos de la fórmula general VIII son: tridecafluor-1,1,2,2-tetrahidrooctil-1-trimetoxisilano, tridecafluor-1,1,2,2-tetrahidrooctil-1-trietoxisilano o mezclas correspondientes que contienen silanos derivados de los mismos o 3,3,3-trifluoropropil-trimetoxisilano, 3,3,3-trifluoropropil-metil-dimetoxisilano, 3,3,3-trifluoropropil-metil-dimetoxisilano, 3,3,3-trifluoropropil-ciclohexil-dimetoxisilano, 3,3,3-trifluoropropil-fenil-dietoxisilano, 3,3,3-trifluoropropil-trietoxisilano, 3,3,3,2,2-pentafluoropropil-metil-dimetoxisilano, 3,3,3-trifluoropropiloxietil-trimetoxisilano, 3,3,3-trifluoropropilmercaptoetil-trimetoxisilano, 3,3,3-trifluoropropiloxietil-metil-dimetoxisilano, así como, en particular, tridecafluor-1,1,2,2-tetrahidrooctil-trimetoxisilano y tridecafluor-1,1,2,2-tetrahidrooctil-trietoxisilano, así como acriloxipropiltrialcoxisilano, metacriloxipropiltrialcoxisilano, pudiendo estar reemplazado el radical alcoxi tanto con radicales metoxi, etoxi como propoxi. Compuestos adecuados son asimismo metacriloximetiltriethoxisilano, metacriloximetiltriethoxisilano, metacriloxipropil-metildietoxisilano, metacriloxipropil-metildimetoxisilano, metacriloxipropil-metildietoxisilano, metacriloximetil-metildietoxisilano y/o metacriloximetil-metildimetoxisilano.

Las composiciones de acuerdo con la invención presentan un valor del pH en el intervalo de 1,0 y 5,4, en particular de 3,0 a 5,4, preferiblemente de 3,5 a 5,4, de manera particularmente preferida de 3,5 a 4,8. En este caso, en relación con los alcoxisilanos empleados originalmente para la preparación de la composición, pueden presentar un contenido de 5 a 35% en peso de compuestos de silicio, en particular 7,5 a 40% en peso, preferiblemente 10 a 40% en peso, siendo particularmente preferidos 12,5 a 30% en peso. Una ventaja de las composiciones es que permanecen siendo estables por sí mismas en el caso de un contenido de 12,5 a 30% en peso de compuestos de silicio a un valor del pH entre 2,0 y 5,4, en particular a 3,5 hasta 5,4, preferiblemente a 3,5 hasta 4,8, de manera particularmente preferida a 4,2 hasta 4,8.

Una composición es considerada estable cuando a lo largo de un espacio de tiempo de al menos 2 meses, preferiblemente 6 meses a la temperatura ambiente en un recipiente cerrado, de manera particularmente preferida a lo largo de 10 meses a la temperatura ambiente (20 a 25°C) no forma gel alguno. Composiciones particularmente estables son estables a lo largo de 12 meses bajo las condiciones mencionadas. Alternativamente, composiciones particularmente estables pueden presentar una estabilidad de hasta 2 meses, en particular de 6 meses bajo condiciones de estrés. Por condición de estrés se entiende un almacenamiento en un recipiente cerrado a 60°C.

El ajuste del valor del pH de la composición tiene lugar, por norma general, ya durante su preparación, de modo que puede suprimirse un posterior ajuste del valor del pH. Como ácidos para el ajuste del valor del pH, en particular como HX, siendo X un radical ácido inorgánico u orgánico, pasan a emplearse preferiblemente ácido fórmico, ácido acético, un gel de sílice de carácter ácido, un sol de sílice de carácter ácido, ácido acético glacial, ácido nítrico, ácido sulfúrico y/o ácido fosfórico. Como sales de sílice entran en consideración, en particular, Levasil 100S como sol de sílice de carácter ácido, pero también ácido silícico precipitado, ácido silícico dispersado.

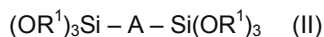
Como coadyuvantes y como otros componentes pueden agregarse a la composición cargas a nanoescala o, en general, cargas habituales. Éstas pueden ser también sales de sílice o geles de sílice neutros o de carácter básico. También pueden añadirse a la composición aditivos tales como coadyuvantes de flujo o, por ejemplo, catalizadores para la modificación de la velocidad de endurecimiento. Asimismo, composiciones esencialmente exentas de disolvente de acuerdo con la invención comprenden esencialmente compuestos de silicio bis-aminofuncionales completamente hidrolizados y esencialmente solubles en agua, correspondiendo al menos una estructura a la fórmula general (I) con $a \geq 1$, $c \geq 1$, $d \geq 0$ y/o $w \geq 0$ y $e \geq 1$ representada en forma idealizada y siendo el valor del pH < 12 , en particular, b puede ser = 0.

Las composiciones pueden consistir preferiblemente sólo en agua, ácido y los compuestos de silicio derivados de los alcoxisilanos esencialmente solubles en agua de la fórmula general II, VI, VII y/u VIII, y/o de sus productos de condensación solubles en agua y en esencia totalmente hidrolizados, correspondiendo al menos una estructura a la

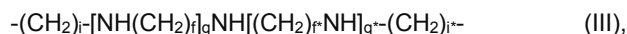
fórmula general (I) representada en forma idealizada, y están esencialmente exentos de disolventes orgánicos. Así, composiciones de acuerdo con la invención pueden presentar ventajosamente un contenido en principio activo de dichos compuestos de silicio de 5 a 40% en peso, preferiblemente 7,5 a 35% en peso, en particular 12,5 a 30% en peso. Preferiblemente, el valor del pH de estas composiciones oscila entre 2,0 y 5,4. Por norma general, no son necesarios otros aditivos para la estabilización de la composición. Otras composiciones esencialmente exentas de disolventes de acuerdo con la invención se componen de compuestos de silicio bis-aminofuncionales esencialmente hidrolizados por completo y esencialmente solubles en agua, correspondiendo al menos una estructura a la fórmula general (I) con $a \geq 1$, $c = 0$, $d = 0$, $w = 0$ y $e \geq 1$ representada de forma idealizada, y en donde en particular el contenido de bis-aminoalquilalcoxisilano de acuerdo con la definición anterior está presente en al menos un 12,5, en particular con 12,5 a 35% en peso, preferiblemente con 15 a 35% en peso, de manera particularmente preferida con 15 a 25% en peso en la composición, encontrándose el valor del pH preferiblemente durante el procedimiento de preparación y/o en la composición entre 1,0 y 5,4, en particular entre 3,5 y 5,4, preferiblemente entre 3,5 y 4,8, de manera particularmente preferida entre 4,2 y 4,8. Incluso estas composiciones presentan una estabilidad al almacenamiento en recipientes cerrados de al menos 6 meses a la temperatura ambiente, preferiblemente 12 meses a la temperatura ambiente, en particular de hasta 5 meses a 60°C. De acuerdo con una forma de realización conveniente, el contenido en bis-aminoalquilalcoxisilano en estas composiciones puede encontrarse también en el intervalo de 1 a 12,5% en peso, en particular entre 5 y 12,5% en peso, encontrándose el valor del pH preferiblemente durante el procedimiento de preparación y/o en la composición entre 1,0 y 5,4, en particular entre 3,5 y 5,4, preferiblemente entre 3,5 y 4,8, de manera particularmente preferida entre 4,2 y 4,8.

Además de ello, composiciones de acuerdo con la invención se pueden diluir de manera ventajosa y prácticamente de forma arbitraria con agua o - en la medida en que se desee - con un disolvente soluble en agua, por ejemplo, pero no de forma exclusiva, con metanol, etanol, isopropanol. En este caso, el contenido en sustancia activa, es decir, el contenido en los compuestos de silicio arriba mencionados, en una composición de acuerdo con la invención puede ajustarse prácticamente sin escalones mediante dilución con agua y/o un disolvente acuoso a un contenido de 0,0001 a 40% en peso.

La invención se refiere también a un procedimiento para la preparación de una composición que contiene compuestos de silicio bis-aminofuncionales esencialmente solubles en agua y esencialmente exentos de grupos alcoxi, agua y un ácido en el que a) se disponen el agua, un ácido, eventualmente alcohol y/o eventualmente un catalizador y se hidroliza al menos un bis-aminosilano de la fórmula II



correspondiendo A a un grupo bis-aminofuncional de la fórmula III



en donde i, i*, f, f*, g o g* son iguales o diferentes, con i y/o i* = 0 a 8, f y/o f* = 1, 2 o 3, g y/o g* = 0, 1 o 2 y R¹ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal, ramificado y/o cíclico, correspondiendo i y/o i*, en particular, a uno de los números 1, 2, 3 o 4, preferiblemente 3, se prefiere particularmente el compuesto bis(trietoxisililpropil)amina ((H₅C₂O)₃Si(CH₂)₃NH(CH₂)₃Si(OC₂H₅)₃, Bis-AMEO) con i, i* = 3 y g, g* = 0 y/o sus productos de condensación y eventualmente al menos un alquilalcoxisilano de la fórmula general VI



con y = 0 o 1, correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 20 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R⁵ a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o a un radical arilo, R⁴ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente al menos un epoxi- o éter-alcoxisilano de la fórmula general VII



con u = 0 o 1, en donde D corresponde a un radical 3-glicidoxialquilo, 3-glicidoxipropilo, epoxialquilo, epoxicicloalquilo, polialquilglicolalquilo o a un radical polialquilglicol-3-propilo, R⁷ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y R⁶ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente al menos un alcoxisilano organofuncional de la fórmula VIII



con $v = 0$ o 1 , en donde R^8 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, E corresponde a un radical $R^{8*}-Y_m-(CH_2)_s-$, en donde R^{8*} corresponde a un radical alquilo con 1 a 9 átomos de C monofluorado, oligofluorado o perfluorado o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, además, Y corresponde a un radical CH_2 , O, arilo o S, y m es = 0 o 1 y s es = 0 o 2, o a un radical vinilo, alilo, isopropenilo, a un radical mercaptoalquilo, a un radical sulfanalquilo, a un radical ureidoalquilo, a un radical acriloxialquilo o a un radical alcoxi con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, y R^9 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación, en donde el radical sulfanalquilo corresponde a la fórmula general IX con $-(CH_2)_q-X-(CH_2)_q-Si(R^8)_v(OR^9)_{3-v}$ (IX), con $q = 1, 2$ o 3 , $X = S_p$, en donde p es por término medio 2 o bien 2,18 o por término medio 4 o bien 3,8, con una distribución de 2 a 12 átomos de azufre en la cadena y v, R^8 y R^9 están definidos como antes,

- y el alcohol se separa esencialmente, oscilando el valor del pH de la composición después de la separación del alcohol entre 1,0 y 5,4.

De acuerdo con la invención, se emplean alquilcoxisilanos bis-aminofuncionales de la fórmula II, esencialmente no hidrolizados, en donde no hidrolizado significa que > 80% en peso, en particular > 95% en peso, en particular 98% en peso del compuesto de silano bis-aminofuncional se añade todavía no hidrolizado a la mezcla de reacción. De acuerdo con otra alternativa de acuerdo con la invención, en el procedimiento sólo se emplean al menos un alquilcoxisilano bis-aminofuncional de la fórmula II y al menos un alquilcoxisilano de la fórmula general VI. Compuestos particularmente preferidos son bis-AMEO, propiltrialcoxisilano (PTMO, PTEO), metiltriethoxisilano, metiltriethoxisilano. También estos alcoxisilanos se pueden emplear en el procedimiento preferiblemente de forma no hidrolizada, de acuerdo con la definición anterior.

El ajuste del valor del pH de la composición tiene lugar, por norma general, ya durante su preparación, de modo que puede suprimirse un posterior ajuste del valor del pH. Como ácidos para el ajuste del valor del pH, en particular como HX, siendo X un radical ácido inorgánico u orgánico, pasan a emplearse preferiblemente ácido fórmico, ácido acético, un gel de sílice de carácter ácido o bien un sol de sílice de carácter ácido, ácido acético glacial, ácido nítrico, ácido sulfúrico y/o ácido fosfórico. Como soles de sílice entran en consideración, en particular, Levasil 100S como sol de sílice de carácter ácido, pero también ácido silícico precipitado, ácido silícico dispersado. Como catalizador puede emplearse, por ejemplo, n-propilato de zirconio u otro catalizador habitual.

Por norma general, se disponen agua y un ácido, y los silanos de la fórmula general II, VI, VII y/u VIII y/o productos derivados de los mismos tales como silanos protonizados, productos de la hidrólisis, co-condensación y/o condensación se añaden sucesivamente y/o en forma de mezcla, se hidrolizan y eventualmente se condensan, en particular a un valor del pH entre 2,0 y 5,4, preferiblemente a un valor del pH entre 3,0 y 5,4. Mediante la adición ulterior de ácido, el valor del pH se puede mantener o ajustar durante el procedimiento. En este caso, los silanos de las fórmulas generales II, VI, VII y/u VIII, sus productos de la hidrólisis, co-condensación, condensación y/o sus mezclas pueden añadirse en disolución acuosa y/o alcohólica. Esto puede tener lugar sucesivamente o también en una mezcla. En el caso de una realización del procedimiento en una disolución acuosa/alcohólica, mediante la adición de alcohol o de una disolución alcohólica de silano, la hidrólisis puede llevarse a cabo a un valor del pH por debajo de 12, es decir, también en el intervalo alcalino. A continuación, se separa esencialmente por completo de la mezcla de reacción el alcohol de la hidrólisis y alcohol eventualmente añadido de manera adicional. El ajuste del valor del pH puede tener lugar antes o después de la separación del alcohol.

La adición de una disolución alcohólica al agua acidificada dispuesta puede tener lugar, en particular, de la siguiente manera. Primeramente, se mezcla un alcohol, por ejemplo etanol, con un silano de la fórmula II, VI, VII y/u VIII, eventualmente con un poco de agua y eventualmente un catalizador o eventualmente un ácido y después de una breve reacción se añade al agua acidificada y dispuesta previamente. En la medida en que el valor del pH no se encuentre en el intervalo deseado, puede modificarse mediante la adición de ácido adicional. De igual manera, también después de la adición de al menos un silano a la mezcla de reacción puede añadirse agua adicional.

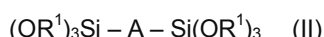
En función de las propiedades deseadas de la composición, puede ser conveniente agregar, ya en el procedimiento, cargas inorgánicas tales como TiO_2 , SiO_2 , soles de sílice, dispersiones de Aerosil y/o Al_2O_3 .

Para la separación completa del alcohol de la hidrólisis o del alcohol añadido, se puede añadir a la composición siempre de nuevo agua que se separa por destilación de forma azeotrópica con el alcohol hasta que la composición esté esencialmente exenta de alcohol.

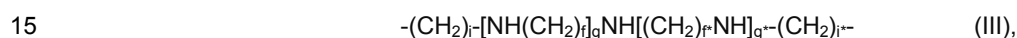
Alternativamente, se puede disponer un silano acuoso de la fórmula general II y/o su producto de co-condensación o producto de condensación, por ejemplo un producto de co-condensación de la fórmula II con VI, hidrolizar a un valor del pH bajo, por ejemplo a 1,0 a 3,5, y los silanos de las fórmulas generales IV, VII y/u VIII y/o sus productos de condensación se añaden individualmente o como mezcla, preferiblemente se añade al menos un silano de la fórmula

VI. Mediante la adición de aminosilano de las fórmulas II y/o IV adicional, puede elevarse el valor del pH. Después de la adición del último silano, la mezcla de reacción puede hidrolizarse esencialmente por completo con agitación todavía a una temperatura entre 30 y 100 °C. Preferiblemente, la hidrólisis en todos los procedimientos tiene lugar a 55 hasta 80 °C.

- 5 Objeto de la invención es, por lo tanto, también un procedimiento para la preparación de una composición que contiene compuestos de silicio esencialmente solubles en agua, bis-aminofuncionales y esencialmente exentos de grupos alcoxi, agua y un ácido, al igual que también una composición obtenible según este procedimiento, en donde b) se dispone una disolución acuosa de al menos un silano soluble en agua de la fórmula general II y/o VII o sus productos de condensación solubles en agua, en particular, también productos de co-condensación a base de silanos de la fórmula II, IV y/o VII entre sí o con VI y/u VIII, por ejemplo también con soles de sílice, o los productos de la hidrólisis solubles en agua de un silano de la fórmula general VI, en particular del funcionalizado con metilo, - en donde el silano de la fórmula II corresponde a un bis-aminoalcoxisilano



correspondiendo A a un grupo bis-aminofuncional de la fórmula III



en donde i, i*, f, f*, g o g* son iguales o diferentes, con i y/o i* = 0 a 8, f y/o f* = 1, 2 o 3, g y/o g* = 0, 1 o 2 y R¹ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación, en particular al menos parcialmente protonizados,

- 20 - en donde el silano de la fórmula VII corresponde a un epoxi- o éter-alcoxisilano



con u = 0 o 1, en donde D corresponde a un radical 3-glicidoxialquilo, 3-glicidoxipropilo, epoxialquilo, epoxicicloalquilo, polialquiliglicolalquilo o a un radical polialquiliglicol-3-propilo, R⁷ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y R⁶ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación,

- 25 - en donde el silano de la fórmula VI corresponde a un alquilalcoxisilano



con y = 0 o 1, correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R⁵ a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y/o a un radical arilo, R⁴ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico

- 30 y se añaden eventualmente ácido, eventualmente alcohol y eventualmente un catalizador y eventualmente uno o varios de otros silanos de las fórmulas generales II, IV, VI, VII y/u VIII o sus productos de condensación, - en donde el silano añadido de la fórmula VI corresponde a un alquilalcoxisilano



- 35 con y = 0 o 1, correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 20 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R⁵ a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y/o a un radical arilo, R⁴ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico,

- en donde el silano de la fórmula VIII corresponde a un alcoxisilano organofuncional



- 40 con v = 0 o 1, en donde R⁸ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, E corresponde a un radical R^{8*}-Y_m-(CH₂)_s-, en donde R^{8*} corresponde a un radical alquilo con 1 a 9 átomos de C monofluorado, oligofluorado o perfluorado o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, además, Y corresponde a un radical CH₂, O, arilo o S, y m es = 0 o 1 y s es = 0 o 2, o a un radical vinilo, alilo, isopropenilo, a un radical mercaptoalquilo, a un radical sulfanalquilo, a un radical ureidoalquilo, a un radical acriloxialquilo o a un radical alcoxi con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, y R⁹ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación, - y se hidrolizan y el alcohol se separa esencialmente.

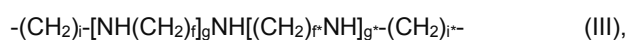
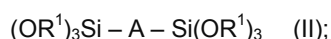
En función de las propiedades deseadas de la composición, puede ser conveniente agregar, ya en el procedimiento, cargas inorgánicas tales como TiO₂, SiO₂, soles de sílice, dispersiones de Aerosil y/o Al₂O₃.

El alcohol ya presente y/o que resulta durante la reacción se separa de la mezcla de reacción en todas las variantes del procedimiento de acuerdo con la invención. La separación por destilación del alcohol se lleva a cabo preferiblemente a presión reducida. La separación por destilación del alcohol se lleva a cabo preferiblemente hasta que en la parte superior de la columna se haya alcanzado una temperatura que corresponda a la temperatura de ebullición del agua. En la medida en que el alcohol no pudo separarse esencialmente por completo, se añade de nuevo agua y se separa adicionalmente una mezcla de alcohol/agua, en particular se separa por destilación. Este modo de proceder se repite hasta que se haya separado esencialmente el alcohol. El alcohol se considera esencialmente separado cuando su contenido se encuentra por debajo de 4% en peso, en particular por debajo de 2% en peso, preferiblemente por debajo de 1, de manera particularmente preferida por debajo de 0,5% en peso, por debajo de 0,1% en peso o por debajo de 0,05% en peso. La composición resultante está esencialmente exenta de alcohol, es decir, el alcohol eventualmente añadido al igual que también el alcohol de la hidrólisis se separan del sistema de reacción preferiblemente por completo después de la hidrólisis aproximadamente completa. Las composiciones que pasan a emplearse están, por lo tanto, esencialmente exentas de alcoholes libres y/o radicales alcoxi cuando el contenido es menor que 4% en peso, en particular está por debajo de 2% en peso, preferiblemente por debajo de 1, de manera particularmente preferida por debajo de 0,5% en peso, por debajo de 0,1% en peso o por debajo de 0,05% en peso.

Apartándose de procedimientos del estado de la técnica, los alcóxisilanos sustituidos en los procedimientos antes mencionados se hidrolizan en el caso de un contenido en agua de 50 a 90% en peso, en particular en 65 a 90% en peso de agua. El contenido en agua está referido a la cantidad de agua dispuesta o el contenido total en agua en la mezcla de reacción total antes de separar de la mezcla alcohol y/o agua. Durante la reacción, el valor del pH debería oscilar entre 2,0 y 5,4, en particular entre 3,0 y 5,4, preferiblemente entre 3,5 y 5,4. También después de la separación del alcohol de la mezcla de reacción, el valor del pH de la composición puede oscilar entre 1,0 y 5,4, en particular entre 3,0 y 5,4, preferiblemente entre 3,5 y 5,4. Los alcóxisilanos y/o tetraalcóxisilanos empleados, sustituidos con un radical bis-amino, amino, alquilo, epoxi, polialquilglicolalquilo, 3-glicidoxialquilo, glicidoxialquilo, fluoroalquilo, mercapto, ureidoalquilo, alqueno, acriloxialquilo se presentan en la composición en conjunto con un contenido de 7,5 a 50% en peso, en particular con 10 a 40% en peso, preferiblemente con 10 a 35% en peso, de manera particularmente preferida con 20 a 35% en peso, después de separar el alcohol con respecto a los alcóxisilanos empleados.

Composiciones preparadas según el procedimiento de acuerdo con la invención son disoluciones estables y transparentes o también en parte opalescentes a turbias, están esencialmente exentas de disolventes orgánicos, se pueden diluir con agua en cualquier relación, en el caso de la adición de agua no desarrollan esencialmente alcoholes de la hidrólisis y poseen un punto de inflamación mayor que 63°C, preferiblemente mayor que 80°C, de manera particularmente preferida mayor que 93°C.

Otro objeto de la invención es una composición acuosa o bien un sistema de silano acuoso que contiene compuestos de silicio esencialmente solubles en agua, bis-aminofuncionales y esencialmente exentos de grupos alcoxi, agua y un ácido, que se puede obtener mediante la disposición de agua, un ácido y eventualmente alcohol y la reacción de al menos un alcóxisilano bis-aminofuncional de la fórmula II correspondiendo A a un grupo bis-aminofuncional de la fórmula III



en donde i, i*, f, f*, g o g* son iguales o diferentes, con i y/o i* = 0 a 8, f y/o f* = 1, 2 o 3, g y/o g* = 0, 1 o 2 y R¹ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación y eventualmente al menos con un alquilalcóxisilano de la fórmula general VI



con y = 0 o 1, correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 20 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R⁵ a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y/o a un radical arilo, R⁴ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente con al menos un epoxi- o éter-alcóxisilano de la fórmula general VII



con u = 0 o 1, en donde D corresponde a un radical 3-glicidoxialquilo, 3-glicidoxipropilo, epoxialquilo, epoxicicloalquilo, polialquilglicolalquilo o a un radical polialquilglicol-3-propilo, R⁷ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y R⁶ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal,

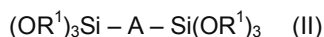
ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente con al menos un alcoxisilano organofuncional de la fórmula VIII



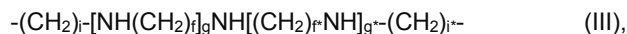
- 5 con $v = 0$ o 1 , en donde R^8 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, E corresponde a un radical $R^{8*}-Y_m-(CH_2)_s-$, en donde R^{8*} corresponde a un radical alquilo con 1 a 9 átomos de C monofluorado, oligofluorado o perfluorado o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, además, Y corresponde a un radical CH_2 , O, arilo o S, y m es $= 0$ o 1 y s es $= 0$ o 2 , o a un radical vinilo, alilo, isopropenilo, a un radical mercaptoalquilo, a un radical sulfanalquilo, a un radical ureidoalquilo, a un radical acriloxialquilo o a un radical alcoxi con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, y R^9 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación, en donde el radical sulfanalquilo corresponde a la fórmula general IX con $-(CH_2)_q-X-(CH_2)_q-Si(R^8)_v(OR^9)_{3-v}$ (IX), con $q = 1, 2$ o 3 , $X = S_p$, en donde p es por término medio 2 o bien 2,18 o por término medio 4 o bien 3,8, con una distribución de 2 a 12 átomos de azufre en la cadena y v, R^8 y R^9 están definidos como antes, hidrólisis, en particular hidrólisis completa, esencialmente separación completa del alcohol, oscilando el valor del pH de la composición después de la separación del alcohol entre 1,0 y 5,4.

Como se ha explicado, se emplean preferiblemente alquilalcoxisilanos bis-aminofuncionales de la fórmula II esencialmente no hidrolizados o bien alcoxisilanos de las fórmulas IV, VI, VII y/u VIII no hidrolizados. La composición resultante está esencialmente exenta de alcohol.

- 20 Un objeto de la invención es, además, un procedimiento para la preparación de una composición que contiene compuestos de silicio esencialmente solubles en agua, bis-aminofuncionales y esencialmente exentos de grupos alcoxi, agua y un ácido, disponiéndose un disolvente orgánico, eventualmente agua, eventualmente un ácido y/o eventualmente un catalizador y
- se hidrolizan, en particular se hidrolizan por completo al menos un bis-aminoalcoxisilano de la fórmula II



- 25 correspondiendo A a un grupo bis-aminofuncional de la fórmula III



- 30 en donde i, i^* , f, f^* , g o g^* son iguales o diferentes, con i y/o $i^* = 0$ a 8, f y/o $f^* = 1, 2$ o 3 , g y/o $g^* = 0, 1$ o 2 y R^1 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación y eventualmente
- al menos con un alquilalcoxisilano de la fórmula general VI



- 35 con $y = 0$ o 1 , correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 20 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R^5 a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y/o a un radical arilo, R^4 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente
- al menos un epoxi- o éter-alcoxisilano de la fórmula general VII



- 40 con $u = 0$ o 1 , en donde D corresponde a un radical 3-glicidoxialquilo, 3-glicidoxipropilo, epoxialquilo, epoxicicloalquilo, polialquilglicolalquilo o a un radical polialquilglicol-3-propilo, R^7 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y R^6 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente
- al menos un alcoxisilano organofuncional de la fórmula VIII



- 45 con $v = 0$ o 1 , en donde R^8 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, E corresponde a un radical $R^{8*}-Y_m-(CH_2)_s-$, en donde R^{8*} corresponde a un radical alquilo con 1 a 9 átomos de C monofluorado, oligofluorado o perfluorado o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, además, Y corresponde a un radical CH_2 , O, arilo o S, y m es $= 0$ o 1 y s es $= 0$ o 2 , o a un radical vinilo, alilo, isopropenilo, a un radical mercaptoalquilo, a un radical sulfanalquilo, a un radical ureidoalquilo, a un radical

acriloxialquilo o a un radical alcoxi con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, y R⁹ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación, - y el alcohol de la hidrólisis y el disolvente se separan esencialmente, y el valor del pH de la composición después de la separación del alcohol de la hidrólisis y del disolvente oscila entre 1,0 y 5,4.

- 5 Como disolvente entra en consideración, en particular, un alcohol elegido del grupo metanol, etanol, propanol y/o una mezcla de estos. Disolventes convenientes pueden ser, sin embargo, también acetato de etilo, THF, cetonas o hidrocarburos.

De acuerdo con la invención, se dispone un alcohol junto con al menos uno de los silanos de las fórmulas generales II, VI, VII y/u VIII, sus productos de condensación y/o mezclas de estos. A continuación, pueden añadirse agua y/o ácido. Si sólo se añade agua, la hidrólisis puede tener lugar en el intervalo alcalino.

El procedimiento se lleva a cabo preferiblemente de manera que se dispone un alcohol y eventualmente agua, se añade al menos un bis-aminoalcoxisilano de la fórmula general II y/o su producto de condensación, y se hidrolizan así como eventualmente se condensan. La mezcla de reacción se alcaliniza mediante la adición del bis-aminoalcoxisilano de la fórmula general I. Preferiblemente, se emplea un bis-aminoalcoxisilano de la fórmula II esencialmente no hidrolizado. De acuerdo con la invención, se emplean al menos un bis-aminoalquilalcoxisilano de la fórmula II y un alquilalcoxisilano de la fórmula general VI.

Si se disponen alcohol y eventualmente agua y eventualmente un ácido, se añaden un bis-aminoalcoxisilano de la fórmula general II y/o su producto de condensación y se hidrolizan así como eventualmente se condensan. Preferiblemente, a continuación se añaden al menos un alquilalcoxisilano de la fórmula VI y eventualmente al menos un aminoalquilalcoxisilano de la fórmula IV, eventualmente al menos un epoxi- o éter-alcoxisilano de la fórmula general VII y eventualmente al menos un alcoxisilano organofuncional de la fórmula VIII y/o sus productos de condensación sucesivamente o en forma de mezcla. La hidrólisis tiene lugar en este caso en el intervalo alcalino, preferiblemente el valor del pH se encuentra por debajo de 12.

La adición de los silanos de la fórmula general II, VI, VII u VIII y/o productos derivados de los mismos tales como productos de la hidrólisis y/o condensación tales como productos de co-condensación, puede tener lugar sucesivamente o como mezcla. De igual modo, la adición de los silanos de las fórmulas generales II, IV, VI, VII y/u VIII y/o de sus productos de condensación puede tener lugar en disolución acuosa y/o alcohólica. En caso necesario, durante el procedimiento puede añadirse al menos una carga inorgánica tal como dióxido de titanio, dióxido de silicio, soles de sílice, una dispersión de Aerosil u óxido de aluminio.

Si antes o durante la hidrólisis no se añade un ácido, el valor del pH puede volverse alcalino, en particular puede encontrarse por debajo de 12. La reacción puede llevarse a cabo a 30 hasta 100 °C, preferiblemente entre 55 y 80 °C. Después de la hidrólisis y eventualmente de la condensación realizada, el valor del pH puede ajustarse a un valor entre 1,0 y 7,0. Esto sucede mediante la adición de un ácido.

Como ácidos para el ajuste del valor del pH, en particular en forma de HX, siendo X un radical ácido inorgánico u orgánico, pasan a emplearse preferiblemente ácido fórmico, ácido acético, un gel de sílice de carácter ácido, un sol de sílice de carácter ácido, ácido acético glacial, ácido nítrico, ácido sulfúrico y/o ácido fosfórico. Como soles de sílice entran en consideración, en particular, Levasil 100S como sol de sílice de carácter ácido, pero también ácido silícico precipitado, ácido silícico dispersado.

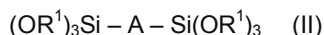
El disolvente y el alcohol que resulta durante la reacción se separan de la mezcla de reacción. La separación por destilación del disolvente y/o del alcohol se lleva a cabo preferiblemente a presión reducida. La separación por destilación se lleva a cabo preferiblemente hasta que en la parte superior de la columna se haya alcanzado una temperatura que corresponda a la temperatura de ebullición del agua. En la medida en que el alcohol y/o el disolvente no se hubieran podido separar esencialmente por completo, se añade de nuevo agua y se separa, en particular se separa por destilación adicionalmente una mezcla de disolvente/agua o bien de alcohol/agua. Este modo de proceder se repite hasta que se haya separado esencialmente el alcohol.

La composición resultante está esencialmente exenta de disolvente, en particular, exenta de alcohol, es decir, el alcohol eventualmente añadido como también el alcohol de la hidrólisis se separan preferiblemente por completo del sistema de reacción después de la hidrólisis aproximadamente completa. Las composiciones que pasan a emplearse están, por lo tanto, esencialmente exentas de alcoholes libres y/o radicales alcoxi cuando el contenido sea menor que 5% en peso, sea menor que 4% en peso, en particular esté por debajo de 2% en peso, preferiblemente por debajo de 1, de manera particularmente preferida por debajo de 0,5% en peso, por debajo de 0,1% en peso o por debajo de 0,05% en peso.

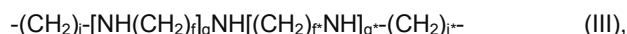
Preferiblemente, el valor del pH de la composición después de la separación del alcohol de la hidrólisis y del disolvente oscila entre 3,0 y 5,4, de manera particularmente preferida oscila entre 3,5 y 5,4.

Un objeto de la invención es, además, una composición que contiene compuestos de silicio esencialmente solubles en agua, bis-aminofuncionales y esencialmente exentos de grupos alcoxi, agua y un ácido, obtenible mediante la disposición de un disolvente orgánico, eventualmente agua, eventualmente un ácido y/o eventualmente un catalizador y

- se hidrolizan, en particular se hidrolizan por completo al menos un bis-aminoalcoxisilano de la fórmula II



correspondiendo A a un grupo bis-aminofuncional de la fórmula III



en donde i, i*, f, f*, g o g* son iguales o diferentes, con i y/o i* = 0 a 8, f y/o f* = 1, 2 o 3, g y/o g* = 0, 1 o 2 y R¹ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación y eventualmente

- al menos con un alquilalcoxisilano de la fórmula general VI



con y = 0 o 1, correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 20 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R⁵ a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y/o a un radical arilo, R⁴ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente

- al menos un epoxi- o éter-alcoxisilano de la fórmula general VII



con u = 0 o 1, en donde D corresponde a un radical 3-glicidoxialquilo, 3-glicidoxipropilo, epoxialquilo, epoxicicloalquilo, polialquilglicolalquilo o a un radical polialquilglicol-3-propilo, R⁷ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y R⁶ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente

- al menos un alcoxisilano organofuncional de la fórmula VIII



con v = 0 o 1, en donde R⁸ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, E corresponde a un radical R⁸-Y_m-(CH₂)_s-, en donde R⁸ corresponde a un radical alquilo con 1 a 9 átomos de C monofluorado, oligofluorado o perfluorado o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, además, Y corresponde a un radical CH₂, O, arilo o S, y m es = 0 o 1 y s es = 0 o 2, o a un radical vinilo, alilo, isopropenilo, a un radical mercaptoalquilo, a un radical sulfanalquilo, a un radical ureidoalquilo, a un radical acriloxialquilo o a un radical alcoxi con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, y R⁹ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación,

- y separación esencialmente completa del alcohol de la hidrólisis y del disolvente.

Composiciones preparadas según el procedimiento de acuerdo con la invención son disoluciones estables y transparentes o también en parte opalescentes a turbias, están esencialmente exentas de disolventes orgánicos, se pueden diluir con agua en cualquier relación, en el caso de la adición de agua no desarrollan esencialmente alcoholes de la hidrólisis y poseen un punto de inflamación mayor que 63°C, preferiblemente mayor que 80°C, de manera particularmente preferida mayor que 93°C.

Objeto de la invención es también un procedimiento para la preparación de una composición que contiene compuestos de silicio esencialmente solubles en agua, bis-aminofuncionales y esencialmente exentos de grupos alcoxi, agua y un ácido, al igual que también una composición obtenible según este procedimiento, en donde se disponen al menos un epoxi- o éter-alcoxisilano de la fórmula general VII



con u = 0 o 1, en donde D corresponde a un radical 3-glicidoxialquilo, 3-glicidoxipropilo, epoxialquilo, epoxicicloalquilo, polialquilglicolalquilo o a un radical polialquilglicol-3-propilo, R⁷ corresponde a un radical alquilo con

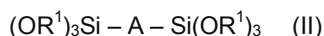
1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y R^6 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación, y/o al menos un alquilcoxisilano de la fórmula general VI



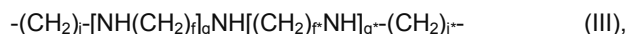
- 5 con $y = 0$ o 1 , correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 20 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R^5 a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y/o a un radical arilo, R^4 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y/o al menos un alcoxisilano organofuncional de la fórmula VIII



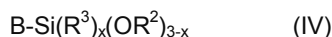
- 10 con $v = 0$ o 1 , en donde R^8 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, E corresponde a un radical $R^{8*}-Y_m-(CH_2)_s-$, en donde R^{8*} corresponde a un radical alquilo con 1 a 9 átomos de C monofluorado, oligofluorado o perfluorado o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, además, Y corresponde a un radical CH_2 , O, arilo o S, y m es = 0 o 1 y s es = 0 o 2, o a un radical vinilo, alilo, isopropenilo, a un radical mercaptoalquilo, a un radical sulfanalquilo, a un radical ureidoalquilo, a un radical acriloxialquilo o a un radical alcoxi con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, y R^9 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación, en una alternativa, los silanos de la fórmula IV, VI y/u VIII se disponen en mezclas con al menos un silano de la fórmula II y/o IV,
- 15 - y en presencia de agua y en presencia de un ácido y/o de un catalizador y agua y eventualmente de un disolvente se hidrolizan al menos en parte y, a continuación, en una segunda etapa de hidrólisis
- 20 - en presencia de agua adicional y eventualmente de ácido adicional, se agrega
- 20 - al menos un bis-aminoalcoxisilano de la fórmula II



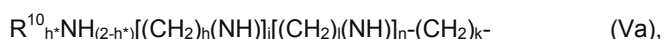
correspondiendo A a un grupo bis-aminofuncional de la fórmula III



- 25 en donde i, i*, f, f*, g o g* son iguales o diferentes, con i y/o i* = 0 a 8, f y/o f* = 1, 2 o 3, g y/o g* = 0, 1 o 2 y R^1 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal, cíclico y/o ramificado, y/o sus productos de condensación y eventualmente
- al menos un aminoalquilcoxisilano de la fórmula IV



- 30 con $x = 0$ o 1 , correspondiendo R^2 a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y correspondiendo B a uno de los siguientes grupos aminofuncionales de la fórmula general Va o Vb



- 35 en donde $0 \leq h \leq 6$; $h^* = 0, 1$ o 2 ; $j = 0, 1$ o 2 ; $0 \leq l \leq 6$; $n = 0, 1$ o 2 ; $0 \leq k \leq 6$ y R^{10} es un radical bencilo, arilo, vinilo, formilo y/o un radical alquilo con 1 a 8 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o



en donde $0 \leq m \leq 6$ y $0 \leq p \leq 6$ y/o sus productos de condensación, se hidrolizan y el alcohol se separa esencialmente.

- 40 En este caso, los silanos de la fórmula general VI, VII u VIII y/o productos de condensación pueden añadirse sucesivamente o como mezcla. La adición de agua en la segunda etapa de hidrólisis puede tener lugar mediante la adición de una mezcla acuosa de silanos o la adición separada de agua. En particular, el contenido en agua durante la segunda etapa de hidrólisis asciende a 50 a 90% en peso, de manera particularmente preferida a 65 a 90% en peso. Mientras que el valor del pH durante la hidrólisis oscila, en particular, entre 2,0 y 5,4, preferiblemente entre 3,0 y 5,4. El valor del pH puede tener lugar en cada momento mediante la adición de uno de los ácidos arriba mencionados.
- 45

El contenido de los compuestos de silicio puede ascender en total a 7,5 hasta 40% en peso. De acuerdo con una forma de realización preferida, se emplea bis-aminoalquilalcoxisilano de la fórmula II esencialmente no hidrolizado. Conforme a la invención, se emplean al menos un bis-aminoalquilalcoxisilano de la fórmula II y un alquilalcoxisilano de la fórmula general VI.

- 5 En variantes de realización convenientes, durante el procedimiento puede emplearse al menos una carga inorgánica tal como TiO_2 , SiO_2 , sol de sílice, una dispersión de Aerosil y/o Al_2O_3 . La hidrólisis y la condensación se llevan a cabo en un intervalo de temperaturas 30 y 100 °C, preferiblemente, entre 55 y 80 °C.

- 10 Para la separación ulterior del alcohol de la hidrólisis y del alcohol eventualmente añadido se puede añadir a la mezcla agua adicional y separar de nuevo una mezcla de alcohol/agua hasta que la composición esté esencialmente exenta de alcoholes. Este proceso se puede repetir hasta que la composición esté esencialmente exenta de alcoholes. Después de la separación del alcohol, el valor del pH de la composición oscila preferiblemente entre 1,0 y 5,4, de manera particularmente preferida entre 3,0 y 5,4.

- 15 Objeto de la invención es también el uso de una composición de acuerdo con la invención en mezclas con composiciones adicionales basadas en silano, en particular, la mezcla comprende una composición que contiene compuestos de silicio bis-aminofuncionales junto con una composición basada en silano a base de silanos alquil-, alquénil-, aril-, epoxi-, dihidroxialquil-, aminoalquil-, polialquilglicolalquil-, halogenoalquil-, mercaptoalquil-, sulfanalaquil-, ureidoalquil-, acriloxialquil-funcionales y/o tetraalcoxi-funcionales y/o sus mezclas. En particular, la adición de la composición de acuerdo con la invención en una mezcla con un silano adicional reduce la temperatura de endurecimiento, manteniéndose o mejorándose preferiblemente las propiedades repelentes del silano adicional.
- 20 Ejemplos de ellos se dan a conocer en los Ejemplos de aplicación.

- 25 Las composiciones y/o mezclas de acuerdo con la invención pueden utilizarse para la hidrofobización de superficies de sustratos, por ejemplo con funciones hidroxil libre. Mediante la reticulación con las funciones hidroxil y/o a través de una posible formación de complejos y/o reacción de las funciones amino se consigue una elevada resistencia mecánica de la capa aplicada sobre las superficies del sustrato. En general, las composiciones y/o mezclas pueden emplearse para el tratamiento o la modificación de superficies de sustratos, en particular para la constitución de capas de barrera sobre superficies de sustratos. Preferiblemente, la composición o bien las mezclas para la hidrofobización de superficies metálicas tales como, por ejemplo, acero fino, aluminio, acero, titanio, de superficies de vidrio, materiales orgánicos tales como superficies de materiales sintéticos o, en particular, de fibras naturales tales como, por ejemplo, papel, algodón o madera, de superficies minerales tales como hormigón, ladrillos, piedra arenisca, así como otras superficies inorgánicas. Si las composiciones se basan en compuestos de silicio con contenido en fluorosilanos, en forma de co-condensados o en mezcla, entonces se pueden conseguir también propiedades oleofóbicas y anti-graffiti. Se agregan otros sectores de aplicación en la imprimación de superficies, de vidrio, metal, superficies minerales tales como hormigón, mortero, solado o piedra arenisca, o materiales orgánicos, en particular de fibras naturales tales como, por ejemplo, papel, algodón o madera. Por ejemplo, mediante la imprimación de superficies metálicas puede alcanzarse una adherencia mejorada y, con ello, entre otros, una mejor protección frente a la corrosión. Asimismo, una composición o una mezcla de acuerdo con la invención que se base en una composición de este tipo, se puede utilizar ventajosamente para la protección frente a la corrosión de metales tales como hierro, acero, acero fino, aluminio, aleaciones de aluminio, plata, cobre, - por sólo nombrar unos pocos ejemplos -. En este caso, los metales o bien las superficies metálicas a proteger frente a la corrosión pueden estar no tratadas o pre-tratadas, en particular se han de mencionar como ejemplos de superficies metálicas fosfatadas, cromatadas, cromitadas, zincadas o superficies metálicas zincadas que adicionalmente están cromatadas, cromitadas o fosfatadas. Por superficies metálicas cromatadas se entiende, en general, aquellas que están tratadas o bien pasivadas con un agente con contenido en cromo(VI). Análogamente a ello, se entiende aquí por una superficie metálica cromitada aquellas que están tratadas o bien pasivadas con un agente con contenido en cromo(III). Además, las composiciones acuosas pueden emplearse para la consolidación de las rocas en la extracción de petróleo, por ejemplo en la producción de piezas componentes acabadas de hormigón y/o mortero tales como tuberías, etc., o en formulaciones de barniz o resina acuosas. De acuerdo con otra posibilidad de aplicación, las composiciones de acuerdo con la invención pueden continuar modificándose en sus propiedades del producto, en particular mediante la adición de aditivos y/o cargas. Así, por ejemplo, mediante la adición un coadyuvante de flujo se puede alcanzar una distribución mejorada sobre una superficie. Mediante la adición de catalizadores, por ejemplo n-propilato de zirconio, o una modificación del valor del pH puede acelerarse el endurecimiento de la composición acabada.
- 50

- 55 Objeto de la invención son también productos revestidos o solidificados que se obtienen mediante el uso de la composición y/o mezclas. Se han de mencionar aquí, en particular, vidrios recubiertos, vidrio acrílico recubierto, metales protegidos frente a la corrosión o sustratos minerales protegidos frente a la corrosión tales como hormigón o mortero fraguado o los materiales orgánicos mencionados, en particular productos a base de fibras naturales tratadas o revestidas. Ejemplos de ello son armaduras tratadas con la composición las cuales, antes de su uso en

hormigón, son recubiertas con la composición. Además, también una mezcla de hormigón todavía no fraguada puede ser mezclada, elaborada y a continuación fraguada con una composición de acuerdo con la invención. En este caso se ha de tener en cuenta que la composición permanezca siendo elaborable, por ejemplo mediante la elección del valor correcto del pH o de otros parámetros. De este modo pueden obtenerse, por ejemplo, hormigón o productos a base de hormigón hidrofóbicos y resistentes a la corrosión tales como tubos de desagüe o piezas componentes acabadas para edificios. El hormigón tratado de esta manera presenta una resistencia a la corrosión considerablemente mejor frente a las influencias del medio ambiente.

La invención se explica con mayor detalle con ayuda de los siguientes Ejemplos.

Ejemplos

10 Exámenes analíticos:

Residuo:

El contenido en sólidos de los sistemas de silanos acuosos se determina como sigue:

1 g de la muestra se pesa en un pequeño platillo de porcelana y se seca a 105 °C hasta constancia de peso en el armario de secado.

15 Contenido en SiO₂:

1,0 a 5,0 g de la muestra se mezclan en un vaso de precipitados de 400 ml con una tableta Kjeldahl y 20 ml de ácido sulfúrico y primeramente se calienta lentamente. En este caso, el vaso de precipitados se cubre con un vidrio de reloj. La temperatura se aumenta hasta que el ácido sulfúrico humee fuertemente y se hayan destruido todos los componentes orgánicos y la disolución permanezca siendo transparente y clara. La disolución de disgregación fría se diluye con agua dest. hasta aprox. 200 ml y se hierve brevemente (dejar que el agua fluya en el borde del vaso de precipitados por debajo del ácido). El residuo se filtra a través de un filtro de banda blanca y se lava con agua caliente hasta que el agua de lavado indique un valor del pH de > 4 (papel de pH). El filtro se seca en un crisol de platino, se incinera y se calcina durante 1 hora a 800 °C en el horno de mufla. El residuo se evapora después del pesaje con ácido fluorhídrico, el crisol se calienta al rojo mediante un soplete y eventualmente se calienta al rojo de nuevo a 800 °C y se pesa después del enfriamiento. La diferencia de ambos pesajes corresponde al contenido en SiO₂.

Evaluación: $D \times 100/E = \% \text{ en peso de SiO}_2$

D = diferencia de peso antes y después de la fluoración en mg

100 = conversión en %

E = cantidad pesada en mg

Determinación del contenido en metanol y etanol libre:

La determinación del alcohol se llevó a cabo mediante GC.

Columna: RTX 200 (60 m)

Programa de temperatura: 90-10-25-240-0

Detector: FID

Cantidad de inyección: 1,0 µl

Patrón interno: 2-butanol

Silanos y sistemas de silanos empleados:

	Nombre comercial	Descripción del producto	Fabricante
40	Dynasylan® Hydrosil 2926 Dynasylan® F 8261 Dynasylan® SIVO 110	oligómero de siloxano epoxi-funcional acuoso exento de alcohol tridecafluorooctiltrietoxisilano formulación acuosa de silano, exenta de VOC	Degussa Degussa Degussa
45	Dynasylan® 1122 Dynasylan® MTES Dynasylan® F 8815 TYZOR NPZ	bis-[trietoxisililpropil]amina (bis-AMEO) metiltrietoxisilano agente de revestimiento acuoso fluoro- alquil-funcional hidrofóbico/oleofóbico n-propilato de zirconio	Degussa Degussa Degussa
50	Levasil 100S/45%	sol de sílice acuoso tamaño de partículas 30 nm, pH = 4; conc. 45% N-formil-3- aminopropiltrietoxisilano (trietoxisilil-	Du Pont H.C.Stark GmbH

	Dynasylan® AMEO	propilformamida)	
	Dynasylan® GLYMO	3-aminopropiltriethoxisilano	Degussa
	Dynasylan® PTMO	3-glicidiloxy-propiltrimetoxisilano	Degussa
5	Dynasylan® VTMO	propiltrimetoxisilano	Degussa
		viniltrimetoxisilano	Degussa

Ejemplo 1

- En un sistema de aparatos de agitación con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen, bajo una atmósfera de nitrógeno, 592,84 g de agua y 17,6 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A continuación, se aportan dosificadamente a través del dispositivo dosificador 90,0 g de bis-AMEO. El valor del pH se encuentra en 3,5. Se agita durante 3 h a 60 °C. Después se separa por destilación la mezcla de EtOH/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 600 g. El residuo se filtra a través de un filtro de presión (Seitz T-950). Se obtiene un líquido transparente, ligeramente amarillento, que presenta un valor del pH de 3,5 y es estable al almacenamiento.
- 15 Residuo: 9,4% (p/p)
 Contenido en SiO₂: 3,1%
 Etanol libre: 1,8%

Ejemplo 2

- 20 En un sistema de aparatos de agitación con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen, bajo una atmósfera de nitrógeno, 598,6 g de agua y 10,49 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A continuación, se aportan dosificadamente a través del dispositivo dosificador 75,0 g de bis-AMEO. El valor del pH se encuentra en 4,2. Se agita durante 1 h a 60 °C y seguidamente se dosifican 28,91 g de PTMO y la mezcla de reacción se atempera durante otras 2 h a 60 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 600 g. El residuo se filtra a través de un filtro de presión (Seitz T-950). Se obtiene un líquido transparente, ligeramente amarillento, que presenta un valor del pH de 4,2 y es estable al almacenamiento.
- 25 Residuo: 10,5% (p/p)
 Contenido en SiO₂: 4,8%
 30 Metanol libre: 0,8%
 Etanol libre: 1,4%

Ejemplo 5

- En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen, bajo nitrógeno, 400,00 g de agua y 4,75 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A continuación, se aportan dosificadamente a través del dispositivo dosificador 40,0 g de bis-AMEO. Se agregan otros 1,55 g de ácido fórmico. El valor del pH asciende a 4,17. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se dosifican 40 g de PTMO y se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a través de una placa de filtración Seitz T-950. Se obtiene un líquido transparente, ligeramente amarillento, que presenta un valor del pH de 4,11 y es estable al almacenamiento.
- 40 Residuo: 11,8% (p/p)
 Contenido en SiO₂: 6,1%
 Metanol libre: 0,1%
 Etanol libre: < 0,1%

Ejemplo 6

- En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen, bajo una atmósfera de nitrógeno, 400,00 g de agua y 4,75 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 40,0 g de bis-AMEO. Se agregan otros 1,45 g de ácido fórmico. El valor del pH asciende a 4,15. Se agita durante 90 min (tiempo de dosificación incluido) a 60 °C. A continuación, se aportan dosificadamente 32 g de PTMO y se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950. Se obtiene un líquido transparente, ligeramente amarillento, que presenta un valor del pH de 4,10 y es estable al almacenamiento.
- 50 Residuo: 10,1% (p/p)
 55 Contenido en SiO₂: 5,1%

Metanol libre:	0,1%
Etanol libre:	1,1%

Ejemplo 7

- En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen, bajo nitrógeno, 400,00 g de agua y 2,8 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 20,0 g de bis-AMEO. Se agregan otros 0,54 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,28. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se dosifican 40,0 g de PTMO y la tanda se agita durante otras 2 horas a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950. Se obtiene un líquido transparente, ligeramente amarillento, que presenta un valor del pH de 4,3 y es estable al almacenamiento.
- | | |
|---------------------------------|------------|
| Residuo: | 8,9% (p/p) |
| Contenido en SiO ₂ : | 4,9% |
| Metanol libre: | 0,1% |
| Etanol libre: | 0,3% |
| Punto de inflamación: | > 95 °C |

Ejemplo 8

- En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen, bajo una atmósfera de nitrógeno, 400,00 g de agua y 2,8 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 20,0 g de bis-AMEO. Se agregan otros 0,50 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,24. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se aporta dosificadamente una mezcla de 32,0 g de PTMO y 8,0 g de dimetildimetoxisilano y se agita durante otras 2 horas a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950. Se obtiene un líquido transparente, ligeramente amarillento, que presenta un valor del pH de 4,0 y es estable al almacenamiento.
- | | |
|---------------------------------|------------|
| Residuo: | 8,8% (p/p) |
| Contenido en SiO ₂ : | 5,1% |
| Metanol libre: | 0,7% |
| Etanol libre: | 0,2% |

Ejemplo 11

- En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen, bajo nitrógeno, 150 g del producto acuoso Dynasylan® F8815. Después se añaden con agitación 60 g de H₂O dest. y 1,1 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A continuación, a través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 7,5 g de bis-AMEO. Se agita durante 90 min a 60 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 200 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950. Se obtiene un líquido opalescente, ligeramente amarillento, que presenta un valor del pH de 4,41 y es estable al almacenamiento.
- | | |
|---------------------------------|------------|
| Residuo: | 4,9% (p/p) |
| Contenido en SiO ₂ : | 1,4% |
| Metanol libre: | 0,3% |
| Etanol libre: | 3,8% |

Ejemplo 12

- En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen, bajo una atmósfera de nitrógeno, 200,00 g de etanol y 20 g de agua, así como 2,9 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 20,0 g de bis-AMEO y 10 g de Dynasylan® F 8261. Se añaden otros 2,85 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 3,45. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación se añaden lentamente 200 g de agua. La disolución permanece siendo homogénea y es ligeramente opalescente. A continuación, la mezcla se agita durante 2 h a 65 °C. Después se añaden de nuevo 200 g de agua y seguidamente la mezcla de EtOH/agua se separa a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950. Se obtiene un líquido transparente, ligeramente opalescente que presenta un valor del pH de 3,70 y es estable al almacenamiento.

Residuo:	4,9% (p/p)
Contenido en SiO ₂ :	1,3%
Metanol libre:	< 0,1%
Etanol libre:	2,1%

5 **Ejemplo 13**

En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen, bajo nitrógeno, 400,00 g de agua y 2,8 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 20,0 g de bis-AMEO. El valor del pH se encuentra en 4,24. Se agita durante 90 min a 60°C. A continuación, se aporta dosificadamente una mezcla a base de 40,0 g de PTMO y 10 g de GLYMO y se agita durante 2 h a 65°C. Después se separa por destilación la mezcla de EtOH/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a la temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, ligeramente amarillento que presenta un valor del pH de 4,4 y es estable al almacenamiento.

Residuo:	10,9% (p/p)
Contenido en SiO ₂ :	5,6%
Metanol libre:	0,7%
Etanol libre:	2,0%

A la tanda (400 g) se añaden de nuevo 100 g de agua VE (totalmente desalinizada) y la mezcla de alcohol/agua se separa por destilación a aprox. 130 hasta 200 mbar aprox. 100. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g.

Se obtiene un líquido transparente amarillento.
 Contenido en etanol libre < 0,1% (p/p)
 Contenido en metanol libre < 0,1% (p/p)
 Punto de inflamación: > 95°C

25 **Ejemplo 14**

En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen, bajo una atmósfera de nitrógeno, 400,00 g de agua y 2,8 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). Se aportan dosificadamente a través del dispositivo dosificador 20,0 g de bis-AMEO. Se agregan otros 1,8 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,21. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se aporta dosificadamente una mezcla a base de 32,0 g de PTMO y 18,0 g de GLYMO y se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a través de una placa de filtración Seitz T-950. Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,35 y es estable al almacenamiento.

Residuo:	11,4% (p/p)
Contenido en SiO ₂ :	5,5%
Metanol libre:	1,5%
Etanol libre:	0,4%

Ejemplo 15

En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen, bajo nitrógeno, 400,00 g de agua y 2,8 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). Se aportan dosificadamente a través del dispositivo dosificador 20,0 g de bis-AMEO. El valor del pH se encuentra en 4,3. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se aportan dosificadamente 40,0 g de MTES (metiltrietoxisilano) y se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950. Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,35 y es estable al almacenamiento.

Residuo:	10,7% (p/p)
Contenido en SiO ₂ :	6,0%
Metanol libre:	< 0,1%
Etanol libre:	0,8%

Ejemplo 16

En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se mezclan bajo N₂ 40,0 g de GLYMO a temperatura ambiente, primeramente con 4,8 g de ácido acético glacial (ácido acético glacial al 100%). Después de 5 min, se añaden 4,8 g de n-propilato de zirconio y después de otros 5 min se añade una
 5 mezcla a base de 83,7 g de agua y 12,0 g de Levasil 100S/45% a través del dispositivo dosificador. La disolución es ligeramente opaca, y el valor del pH asciende a 3,1. Durante la adición de Levasil 100S/45%, la temperatura aumenta ligeramente. La disolución se calienta a continuación durante 2 h hasta 65 °C. Después, la disolución se diluye con 400 g de agua y se calienta hasta 65 °C. A continuación, se añaden de nuevo 10,6 g de ácido acético y
 10 seguidamente se dosifican lentamente 75,0 g de bis-AMEO. El valor del pH asciende a 4,5. La tanda se mantiene bajo agitación durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de metanol/etanol/agua a 60 hasta 65 °C. La cantidad pesada del residuo asciende a 500 g. El producto se filtra a la temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido opaco amarillento que presenta un valor del pH de 4,67 y es estable al almacenamiento con condiciones.

15 Residuo: 16,9% (p/p)
 Contenido en SiO₂: 6,5%
 Metanol libre: 0,4%
 Etanol libre: 0,5%

Ejemplo 18

20 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 200,00 g de etanol y 20 g de agua, así como 1,4 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). Se aportan dosificadamente a través del dispositivo dosificador 10,0 g de bis-AMEO y 7,5 g de Dynasylan® F8261. Se agregan otros 2,01 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 3,53. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se añaden
 25 lentamente 100 g de agua. A continuación, la mezcla se agita durante 2 h a 65 °C. Después se añaden de nuevo 150 g de agua y seguidamente se separa la mezcla de etanol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 200 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido opalescente, amarillento, que presenta un valor del pH de 3,85 y es estable al almacenamiento.

30 Residuo: 5,8% (p/p)
 Contenido en SiO₂: 1,4%
 Etanol libre: 2,0%

Ejemplo 20

35 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 4,75 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). Se aporta dosificadamente a través del dispositivo dosificador una mezcla a base de 40,0 g de bis-AMEO + 40 g de MTES (metiltriethoxisilano). Se agregan otros 2,40 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 3,99. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se agita
 40 durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950. Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,05 y es estable al almacenamiento.

Residuo: 9,9% (p/p)
 Contenido en SiO₂: 5,7%
 Etanol libre: 0,8%

Ejemplo 21

45 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 4,75 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). Se aporta dosificadamente a través del dispositivo dosificador una mezcla a base de 40,0 g de bis-AMEO y 60 g de MTES (metiltriethoxisilano). El valor del pH se encuentra en 4,3. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se añaden lentamente 10 g de GLYMO y se agita
 50 durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200

mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,38 y es estable al almacenamiento.

5	Residuo:	13,6% (p/p)
	Contenido en SiO ₂ :	8,4%
	Metanol libre:	0,1%
	Etanol libre:	0,6%

Ejemplo 22

- 10 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 2,8 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). Se aportan dosificadamente a través del dispositivo dosificador 20,0 g de bis-AMEO. El valor del pH se encuentra en 4,23. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se aportan dosificadamente 40,0 g de Dynasylan® 4144 y se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo
- 15 asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,45 y es estable al almacenamiento.

	Residuo:	12,4% (p/p)
	Contenido en SiO ₂ :	2,3%
20	Metanol libre:	0,2%
	Etanol libre:	0,1%

Ejemplo 23

- 25 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 2,8 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). Se aportan dosificadamente a través del dispositivo dosificador 20,0 g de bis-AMEO. El valor del pH se encuentra en 4,21. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se aportan dosificadamente 60,0 g de Dynasylan® 4144 y se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo
- asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

- 30 Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,37 y es estable al almacenamiento.

	Residuo:	16,0% (p/p)
	Contenido en SiO ₂ :	2,0%
	Metanol libre:	0,1%
	Etanol libre:	0,1%

Ejemplo 24

- 40 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua, 12,0 g de Levasil 100S y 4,75 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). Se aporta dosificadamente a través del dispositivo dosificador una mezcla a base de 40,0 g de bis-AMEO y 60 g de MTES (metiltrietoxisilano). Se agregan otros 2,18 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,33. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,43 y es estable al almacenamiento.

45	Residuo:	12,9% (p/p)
	Contenido en SiO ₂ :	8,4%
	Etanol libre:	0,5%

Ejemplo 25

En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 5,0 g de ácido fosfórico al 85%. A través del dispositivo dosificador se aporta dosificadamente una mezcla a base de 40,0 g de bis-AMEO y 60 g de MTES (metiltrietoxisilano). Se agregan otros 6,25 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,19. Se agita durante 90 min a 60°C. A continuación, se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de EtOH/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a la temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,32 y es estable al almacenamiento.

10 Residuo: 13,3% (p/p)
 Contenido en SiO₂: 7,9%
 Etanol libre: 2,7%

A la tanda (400 g) se añaden de nuevo 100 g de agua VE y la mezcla de alcohol/agua se separa por destilación a aprox. 130 hasta 200 mbar aprox. 100. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g.

15 Se obtiene un líquido transparente amarillento con un contenido en etanol libre de < 0,1% (p/p).
 Punto de inflamación: > 95°C

Ejemplo 26

En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 7,9 g de un ácido nítrico al 70%. Se aporta dosificadamente a través del dispositivo dosificador una mezcla a base de 40,0 g de bis-AMEO y 60 g de MTES (metiltrietoxisilano). Se agregan otros 0,95 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,15. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

25 Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,15 y es estable al almacenamiento.

 Residuo: 11,8% (p/p)
 Contenido en SiO₂: 7,2%
 Etanol libre: 0,8%

Ejemplo 27

En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 4,0 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). Luego se añaden, con buena agitación, 100 g de producto acuoso Dynasylan® HS 2926. A continuación, se aportan dosificadamente a través del dispositivo dosificador 40,0 g de bis-AMEO. El valor del pH se encuentra en 4,15. Se agita durante 90 min a 60 °C y a continuación se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,25 y es estable al almacenamiento.

40 Residuo: 13,5% (p/p)
 Contenido en SiO₂: 5,0%
 Etanol libre: 0,2%

Ejemplo 28

En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 4,0 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). Luego se añaden, con buena agitación, 120 g del producto acuoso Dynasylan® HS 2926. A continuación, se aportan dosificadamente a través del dispositivo dosificador 32,0 g de bis-AMEO. El valor del pH se encuentra en 4,03. Se agita durante 90 min a 60 °C y a continuación se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,10 y es estable al almacenamiento.

Residuo: 14,4% (p/p)

Contenido en SiO₂: 4,9%

5 Etanol libre: < 0,1%

Ejemplo 29

10 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 4,0 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). Luego se añaden, con agitación, 12 g de Levasil 100S/45 y 120 g del producto acuoso Dynasylan® HS 2926. A continuación, se aportan dosificadamente a través del dispositivo dosificador 32,0 g de bis-AMEO. El valor del pH se encuentra en 4,20. Se agita durante 90 min a 60 °C. Seguidamente se añaden lentamente a través del embudo de goteo 20 g de TVMO y, a continuación, se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

15 Se obtiene un líquido opaco, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,23 y es estable al almacenamiento.

Residuo: 18,1% (p/p)

Contenido en SiO₂: 8,2%

Metanol libre: < 0,1%

Etanol libre: < 0,1%

Ejemplo 30

20 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 3,2 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 30,0 g de bis-AMEO. Se agregan otros 2,45 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,27. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se aportan dosificadamente 30,0 g de GLYMO y se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,36 y es estable al almacenamiento.

30 Residuo: 10,6% (p/p)

Contenido en SiO₂: 4,1%

Metanol libre: 0,1%

Etanol libre: < 0,1%

Ejemplo 31

35 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 4,3 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%), así como 12 g de Levasil 100 S. El valor del pH se encuentra en 4,17. A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 30,0 g de bis-AMEO. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se aportan dosificadamente 30,0 g de GLYMO y se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,30 y es estable al almacenamiento.

45 Residuo: 11,9% (p/p)

Contenido en SiO₂: 5,2%

Metanol libre: 0,7%

Etanol libre: 0,6%

Ejemplo 32

- 5 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con envoltante doble, dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400 g de agua y 6,9 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). El valor del pH se encuentra en 4,34. A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 50,0 g de bis-AMEO. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se aportan dosificadamente 9,6 g de DMDMO y se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido opaco, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,16 y es estable al almacenamiento.

	Residuo:	8,90% (p/p)
	Contenido en SiO ₂ :	4,3%
10	Metanol libre:	0,1%
	Etanol libre:	0,3%

Ejemplo 33

- 15 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 7,8 g de ácido clorhídrico (HCl conc. = 37%). A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 34,0 g de bis-AMEO. El valor del pH se ajusta a 2,04 con 0,33 g de ácido clorhídrico (al 37%). Se agita durante 30 min a 60 °C. A continuación, se aportan dosificadamente 40 g de MTES (metiltrietoxisilano) y se agita durante 2 h a 65 °C. Después se añaden de nuevo 3 g de bis-AMEO. Con ello, el valor del pH aumenta a 5,4. Mediante la adición renovada de 0,37 g de ácido clorhídrico (al 37%) el valor del pH se ajusta a 3,2. A continuación, se añaden de nuevo 3,0 g de bis-AMEO, aumentando el valor del pH a 6,0. Mediante la adición de 0,74 g de ácido clorhídrico (al 37%), el valor del pH se ajusta a 4,1. A continuación, se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a una temperatura del sumidero de 65 °C y a una depresión de 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

- 25 Se obtiene un líquido opaco, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,30 y es estable al almacenamiento.

	Residuo:	9,1% (p/p)
	Contenido en SiO ₂ :	5,7%
	Etanol libre:	1,7%

Ejemplo 34

- 30 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua y 9,3 g de ácido clorhídrico (HCl conc. = 37%). A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 40,0 g de bis-AMEO. El valor del pH se ajusta a 2,05 con 2,41 g de ácido clorhídrico (al 37%). Se agita durante 30 min a 60 °C. A continuación, se aportan dosificadamente 40 g de MTES (metiltrietoxisilano) y se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y a 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 1,75 y es estable al almacenamiento.

	Residuo:	9,6% (p/p)
	Contenido en SiO ₂ :	5,7%
40	Etanol libre:	1,5%

Ejemplo 35

- 45 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con envoltante doble, dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 426,9 g de agua y 5,1 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 40,0 g de bis-AMEO. Se agregan otros 0,55 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,30. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se aporta dosificadamente una mezcla a base de 14,0 g de N-formil-3-aminopropiltietoxisilano y 14,0 g de MTES. El valor del pH se encuentra en 4,3. A continuación, se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

- 50 Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,1 y es estable al almacenamiento.

Residuo:	9,3% (p/p)
Contenido en SiO ₂ :	4,5%
Etanol libre:	0,2%

Ejemplo 36

- 5 En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con envolvente doble, dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,0 g de agua y 6,0 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A través del dispositivo dosificador se aportan dosificadamente 50,0 g de bis-AMEO. Se agregan otros 2,51 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,28. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se aportan dosificadamente 19,20 g de N-formil-3-aminopropiltrietoxisilano. El valor del pH se encuentra en 4,3. A continuación, se agita durante 2 h a 65 °C.
- 10 Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo debe ascender a 400 g. El producto se filtró a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,07 y es estable al almacenamiento.

- 15 Residuo: 12,7% (p/p)
Contenido en SiO₂: 5,1%
Etanol libre: 0,2%

Ejemplo 37

- 20 En un matraz de varias bocas de 250 ml con agitador magnético y dispositivo de temperatura y superposición de N₂ se disponen 40,0 g de bis-AMEO, 40,0 g de MTES y 40,0 g de etanol. Bajo agitación se aportan dosificadamente 4,0 g de agua. La mezcla de reacción se agita durante 1 h a 60 °C. En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,0 g de agua y 4,75 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A través del dispositivo dosificador se aporta dosificadamente la mezcla de reacción pre-hidrolizada a 60 °C. Se añaden otros 1,00 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,25. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a través de una placa de filtración Seitz T-950.
- 25

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,24 y es estable al almacenamiento.

- 30 Residuo: 9,9% (p/p)
Contenido en SiO₂: 5,1%
Etanol libre: 0,3%

Ejemplo 38

- 35 En un matraz de varias bocas de 250 ml con agitador magnético y dispositivo de temperatura y superposición de N₂ se disponen 40,0 g de bis-AMEO, 40,0 g de MTES y 40,0 g de etanol. Bajo agitación se aportan dosificadamente 8,0 g de agua. La mezcla de reacción se agita durante 1/4 h a 60 °C. En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,0 g de agua y 4,75 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A través del dispositivo dosificador se aporta dosificadamente la mezcla de reacción pre-hidrolizada a 60 °C. Se añaden otros 0,93 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,27. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a través de una placa de filtración Seitz T-950.
- 40

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,3 y es estable al almacenamiento.

- 45 Residuo: 10,2% (p/p)
Contenido en SiO₂: 6,0%
Etanol libre: 1,4%

Ejemplo 39

- 50 En un matraz de varias bocas de 250 ml con agitador magnético y dispositivo de temperatura y superposición de N₂ se disponen 40,0 g de bis-AMEO, 40,0 g de MTES y 40,0 g de etanol. Bajo agitación se añaden rápidamente 5,5 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A continuación, se aportan dosificadamente 3,2 g de agua. La mezcla de reacción se agita durante 1 hora a 60 °C. En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y

refrigerador de reflujo se disponen 400,0 g de agua. A través del dispositivo dosificador se aporta dosificadamente la mezcla pre-hidrolizada a 60 °C. Se añaden otros 0,23 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,10. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,00 y es estable al almacenamiento.

Residuo:	10,0% (p/p)
Contenido en SiO ₂ :	5,8%
Etanol libre:	1,0%

Ejemplo 40

En un sistema de aparatos de agitación de 10 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 5 000,0 g de agua y 95,34 g de un ácido fórmico al 85%. A través del dispositivo dosificador se aportan lentamente, de forma dosificada, 750 g de bis-AMEO. Se agregan otros 11,66 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,30. Se agita durante 3 horas a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo debe ascender a 5 000 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-950.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,25 y es estable al almacenamiento.

Residuo:	8,9% (p/p)
Contenido en SiO ₂ :	3,7%
Etanol libre:	1,7%

Ejemplo 41

En un sistema de aparatos de agitación de 1 l con dispositivo dosificador y refrigerador de reflujo se disponen 400,00 g de agua, 12 g de Levasil 100S y 4,75 g de ácido fórmico (HCOOH conc. = 85%). A través del dispositivo dosificador se aporta dosificadamente una mezcla a base de 40,0 g de bis-AMEO y 80 g de MTES (metiltrietoxisilano). Se agregan otros 2,54 g de ácido fórmico. El valor del pH se encuentra en 4,24. Se agita durante 90 min a 60 °C. A continuación, se agita durante 2 h a 65 °C. Después se separa por destilación la mezcla de alcohol/agua a 60 hasta 65 °C y 130 a 200 mbar. La cantidad pesada del residuo asciende a 400 g. El producto se filtra a temperatura ambiente a través de una placa de filtración Seitz T-2100.

Se obtiene un líquido transparente, amarillento, que presenta un valor del pH de 4,27 y es estable al almacenamiento.

Residuo:	14,9% (p/p)
Contenido en SiO ₂ :	10,2%
Etanol libre:	1,0%

Ejemplos técnicos de aplicación

1. Métodos

1.1 Recubrimiento de las placas de vidrio

Se ha de tener cuidado de que las superficies se hayan limpiado antes de la aplicación y, ante todo, estén exentas de grasa. El tratamiento previo de la superficie de vidrio (tamaño de las placas de vidrio 0,07 m x 0,15 m). Las placas de vidrio se limpian previamente con isopropanol y se activan de forma abrasiva con una lechada acuosa de óxido de cerio. El óxido de cerio secado se retira sin dejar residuos con un pañuelo de papel.

Los sistemas de los Ejemplos se aplicaron con una rasqueta de 12 µm sobre la superficie limpia. Los recubrimientos que resultan de ello se endurecieron a continuación durante al menos 12 horas a la temperatura ambiente.

1.2 Determinación de la dureza al lápiz

El ensayo de la dureza al lápiz se llevó a cabo con el dispositivo "ERICHSON Scratch Hardness Tester Model 291" basándose en la norma ISO 15184. Los resultados de estos ensayos se recopilan en la Tabla 2.

1.3 Ensayo de cocción

- 5 Las placas de vidrio recubiertas se dispusieron en agua VE hirviendo durante 1 hora. El resultado de este ensayo se recopila en las Tablas 2 y 3. La evaluación visual del revestimiento después del ensayo de cocción tiene lugar según la siguiente valoración:

(-) = capa destruida o desprendida
(0) = capa presente pero asperizada, pérdida de hidrofobia
(+) = capa no modificada

10 1.5 Medición del ángulo del borde estático

La medición del ángulo del borde estático tiene lugar mediante una medición múltiple con el aparato de medición de ángulos de contacto G-15 de la razón social KRÜSS en base a la norma DIN EN 828. Para verificar las propiedades hidrofóbicas, el ángulo del borde estático (RW) se mide con agua VE. Para verificar las propiedades oleofóbicas, el ángulo del borde (RW) estático se midió con Kaydol (aceite mineral).

15 1.6 Tratamiento de las probetas minerales

- 20 El tratamiento de las probetas (cubos, longitud de las aristas = 5 cm = 0,0015 m²) tuvo lugar mediante inmersión en las disoluciones de silanos acuosas de los Ejemplos. Las probetas se sumergieron en el sistema de silanos acuoso con unas tenazas para el crisol durante 2 x 5 segundos. El tiempo de espera entre los procesos de inmersión ascendió a 1 minuto. La verificación de las probetas tuvo lugar al cabo de 1 día. Los resultados se pueden ver en la Tabla 4.

1.7 Tratamiento con mezcla de Dynasylan® F 8815/Ejemplo 43

El tratamiento de la superficie de hormigón en el Ejemplo de aplicación 5 tuvo lugar en placas de hormigón (1,5 cm x 7,5 cm x 15 cm = 0,02925 m²) mediante la aplicación durante una vez con un pincel. Después de un tiempo de reposo de 3 días, se llevó a cabo el ensayo rápido anti-grafiti.

25 Análisis de revestimientos anti-grafiti

Basado en: Technische Vorschriften für die Bewertung von Verfahren, Technologien und Materialien zur Graffiti Entfernung und Prophylaxe der Gütegemeinschaft Anti Graffiti e.V. (actualización 18 de mayo de 1998).

- 30 La superficie tratada de hormigón se roció con 3 pinturas (Edding 800 Permanent Marker negro, Dupli-Color Acryl-Lack RAL 3000 rojo fuego y Genius Pro Aqua-Lack azul genciana muy brillante). Después del secado de las pinturas durante 1 hora a la temperatura ambiente, se aplicó un limpiador de grafiti (limpiador de gel Profi Clean). Después de un tiempo de actuación de 10 minutos, la superficie se trató mecánicamente con un pincel. A continuación, bajo agua corriente se limpió con un cepillo blando. La placa de hormigón húmeda se secó durante 15 minutos a 60 °C en un armario de secado por aire circulante y a continuación se enfrió hasta la temperatura ambiente. Este ensayo de estrés se repitió 9 veces.

- 35 Después de cada limpieza se evaluó el resultado del ensayo en el sustrato seco según los puntos recogidos seguidamente.

- Eliminación 0-30% (ninguna eliminación esencial de la pintura) = 1 punto
Eliminación 30-75% (eliminación parcial de la pintura, contorno de color claramente reconocible) = 2 puntos
Eliminación 75-90% (separación de la pintura en la mayor parte, sombra del contorno reconocible) = 3 puntos
40 Eliminación > 90% (eliminación eficaz de la pintura, sombra tenue del contorno reconocible) = 4 puntos
Eliminación de la pintura sin dejar residuos (se permiten pigmentos de pintura individuales en los poros) = 5 puntos

Después de cada limpieza se determinó, mediante la valoración visual de cada punto de pintura individual, el valor Ci. Éste se calculó como sigue.

- 45 Valor Ci = (sumar número de puntos de los distintos puntos de pintura * 20) / (número de puntos de pintura) valor Ci máx = 100

Número de ciclos de limpieza	Valor Ci	Resultado del ensayo
------------------------------	----------	----------------------

(ensayo funcional +
ensayo de estrés)

	< 5	< 65	ensayo del estrés no pasado
	5	> 65	ensayo del estrés pasado
5	6 a 10	> 70	ensayo del estrés pasado con buen resultado
	11 a 14	> 75	ensayo del estrés pasado con muy buen resultado
	15 y más	> 80	ensayo del estrés pasado con un extraordinario resultado

1.8 Evaluación del efecto de goteo

10 Para la determinación del efecto de goteo, con una pipeta Pasteur se aplicó sobre la probeta 1 ml de agua VE. La punta de la pipeta Pasteur debe contactar en este caso con la superficie del sustrato. Después de 10 minutos, se sacudió la gota de agua y se evaluó visualmente el grado de humectación.

Evaluación del resultado del agente de ensayo:

	0 =	gotas gotean
	1 =	gota no absorbida → ninguna humectación
15	2 =	gota no absorbida → superficie de contacto humectada en la mitad
	3 =	gota no absorbida → superficie de contacto totalmente humectada
	4 =	gota algo absorbida → coloración oscura de la superficie de contacto, superficie de contacto totalmente humectada
	5 =	gota absorbida en un 50% → coloración oscura de la superficie de contacto
20	6 =	gota totalmente absorbida → coloración oscura de la superficie de contacto

Ejemplo de aplicación 1

25 10,0 g del producto del Ejemplo 1 se mezclaron con 1,0 g del producto acuoso Dynasylan® F 8815. La mezcla se aplicó sobre una placa de vidrio limpia (tamaño = 8 x 15 cm) con una rasqueta de 12 µm. Los recubrimientos que resultan de ello se secaron durante 1 hora a temperatura ambiente y, a continuación, se continuaron endureciendo en un armario de secado por aire circulante durante ½ h hora a 150°C. El recubrimiento que resulta de ello era transparente, muy duro y mostró propiedades hidrofóbicas y oleofóbicas muy ben marcadas. La capa no pudo ser rotulada con un Edding 800 Permanent Marker.

Ejemplo comparativo con el Ejemplo de aplicación 1

30 Para la comparación con el Ejemplo de aplicación 1, el producto acuoso Dynasylan® F 8815 se aplicó sobre una placa de vidrio limpia (tamaño = 8 x 15 cm) con una rasqueta de 12 µm. La superficie del vidrio no se pudo humectar por completo. Los recubrimientos que resultan de ello se secaron durante 1 hora a temperatura ambiente y, a continuación, se continuaron endureciendo en un armario de secado por aire circulante durante ½ h hora a 150°C. El recubrimiento resultante de ello era muy blando y tenía un aspecto lechoso.

Ejemplo de aplicación 2

35 5,0 g del producto del Ejemplo 40 se mezclaron con 5,0 g del producto acuoso Dynasylan® Hydrosil 2926. La mezcla se aplicó sobre una placa de vidrio limpia (tamaño = 8 x 15 cm) con una rasqueta de 12 µm. Los recubrimientos que resultan de ello se secaron durante 1 semana a temperatura ambiente. Se comprobó la dureza al lápiz HB.

Ejemplo comparativo con el Ejemplo de aplicación 2

40 Para la comparación con el Ejemplo de aplicación 3, el producto acuoso Dynasylan® HS 2926 se aplicó sobre una placa de vidrio limpia (tamaño = 8 x 15 cm) con una rasqueta de 12 µm. La superficie de vidrio no se pudo humectar por completo. El recubrimiento que resulta de ello no endureció y era muy pegajoso.

Ejemplo de aplicación 3

45 50,0 g del producto del Ejemplo 43 se mezclaron con 50,0 g de Dynasylan® F 8815. La formulación de recubrimiento resultante de ello se aplicó sobre una superficie de hormigón (tamaño = 1,5 cm x 7,5 cm x 15 cm) conforme a la prescripción en 1.7. Los resultados de este ensayo se representan en la Tabla 1.

Tabla 1

Resultado del ensayo anti-grafiti Ejemplo de aplicación 5

	Limpieza N°:	Edding 800 Permanent Maker	Acryl-Lack RAL 3000 rojo fuego	Genieus Pro Aqua-Lack azul genciana muy brillante	Valor Ci
5	1	4,5	4,5	5	93
	2	4,0	4,5	5	90
	3	4,0	4,5	5	90
	4	4,0	4,5	4,5	87
10	5	4,0	4,5	4,5	87
	6	4,0	4,5	4,5	87
	7	4,0	4,5	4,5	87
	8	4,0	4,5	4,5	87
	9	3,5	4,0	4,5	80
15	10	3,5	4,0	4,5	80

Según los criterios de valoración en el apartado 1.7, este ensayo pasó con un buen resultado.

Ejemplo de aplicación 4

Tabla 2

20 Resultados del examen de la dureza al lápiz y de la resistencia a la cocción de ejemplos elegidos de los recubrimientos transparentes homogéneos sobre superficies de vidrio

	Ejemplo	Tiempo endurecimiento a TA	Dureza al lápiz	Evaluación de la resistencia a la cocción
25	2	3 días	6 H	+
	7	4 días	6 H	+
	13	8 semanas	6 H	+
	14	8 semanas	6 H	+
30	15	5 semanas	6 H	+
	20	5 semanas	7 H	+
	24	1 día	3 H	+

Ejemplo de aplicación 5

35 Los productos de los Ejemplos 12, 18 y 19 se aplicaron sobre superficies de vidrio según el método en 1.1. El endurecimiento de los recubrimientos tuvo lugar al cabo de una semana. Los resultados se pueden ver en la Tabla 3.

Tabla 3

40 Resultados de las propiedades hidrofóbicas y oleofóbicas de las superficies que se produjeron a partir de los productos de los Ejemplos 12, 18 y 19

	Ejemplo	RW H ₂ O [°]	RW Kaydol [°]	Ensayo de cocción 1 h en H ₂ O VE
45	12	99	55	+
	18	91	55	+

Los ángulos de contacto muestran las extraordinarias propiedades hidrofóbicas y oleofóbicas de estos recubrimientos.

Además de ello, los recubrimientos presentan extraordinarias propiedades de goteo.

Ejemplo de aplicación 6

Una superficie de acero fino pulida se recubrió en media cara con el producto del Ejemplo 41. Para ello, la formulación del Ejemplo 41 se aplicó mediante una esponja. Después de un tiempo de reticulación de 1 día a temperatura ambiente, la superficie recubierta se comparó con la superficie de acero fino no recubierta.

- 5 Para ello, se aplicaron huellas dactilares sobre la superficie no recubierta y la superficie recubierta. Después de un tiempo de actuación de 1 día, las huellas dactilares se limpiaron con un pañuelo de papel. Sobre la placa no recubierta quedaban huellas dactilares, mientras que sobre la cara recubierta se pudieron eliminar sin problemas las huellas dactilares. Con ello, como resultado resultan propiedades de anti-impresión dactilar muy buenas.

Después de un ensayo de cocción durante una hora en agua VE, el recubrimiento era totalmente funcional.

Ejemplo de aplicación 7

Tabla 4

Evaluación del efecto de goteo de materiales de construcción recubiertos que fueron tratados según el método en el apartado 1.7).

Ejemplo	Efecto de goteo		
	arenisca calcárea	Hormigón	Teja
7	0	0	0
Valores ciegos (sustrato no tratado)	6	5	6

- 20 Según el sistema de evaluación en el apartado 1.8, en el caso del recubrimiento del producto del Ejemplo 7 resultan en el caso de todos los sustratos extraordinarias propiedades repelentes del agua.

Ejemplo de aplicación 8

Realización:

Mezclas de Dynasylan® SIVO 110 con el producto del Ejemplo 1

- 25 Preparación de las formulaciones en frascos de centelleo de 20 ml a TA (21-25°C) mediante agitador magnético: 40,0 g del producto del Ejemplo 1 se mezclaron con 60,0 g de SIVO 110. La aplicación sobre una chapa de prueba de aluminio limpiada con acetato de etilo (razón social Pausch, aleación: 5005H024) tuvo lugar aprox. 0,5 h después de la mezcladura. Para ello, la mezcla se aplicó mediante una rasqueta de 4 µm, se secó a TA (21 a 25°C) y se endureció en un armario de secado por aire circulante Heraeus durante 10 min a 150°C (grosor de la capa seca < = 1 µm).

- 30 Como ejemplo comparativo, una chapa de aluminio se recubrió en condiciones idénticas con SIVO 110 y se endureció.

Examen de la estabilidad frente al agua hirviendo: en el espacio de 24 h después de la aplicación, las chapas de ensayo de aluminio recubiertas se dispusieron durante 2 h en agua hirviendo y, a continuación, se controlaron en cuanto a pérdidas de color / desprendimientos y adherencia (corte reticular en base a la norma DIN EN ISO 2409).

- 35 Resultado: en el caso de una temperatura de secado de 150°C (10 min) se puede alcanzar en el caso de la mezcladura con 40% del producto del Ejemplo 1 una extraordinaria resistencia al agua hirviendo. El revestimiento permanece invariable y muestra una buena adherencia: corte reticular 0 (en base a la norma DIN EN ISO 2409). Frente a ello, el producto Dynasylan® SIVO 110 muestra en el caso de una temperatura de endurecimiento de 150°C después de la cocción en agua una intensa coloración amarilla y una completa deslaminación. Con el fin de
40 que con Dynasylan® SIVO 110 puedan obtenerse las mismas propiedades que con la mezcla, debe aumentarse la temperatura de endurecimiento hasta 220°C.

- 45 El recubrimiento representado en la Figura 1 sobre una chapa de ensayo de aluminio a base de condensado de epoxisilano hidrolizado muestra, después de un ensayo en agua hirviendo durante dos horas una clara coloración amarilla que se representa en la Figura 1 como sombra oscura. La Figura 2 muestra una chapa de ensayo de aluminio tratada de manera correspondiente con un recubrimiento a base de un compuesto de silicio bis-aminofuncional y condensado de epoxisilano hidrolizado, ascendiendo el contenido del compuesto de silicio bis-aminofuncional a 40% en peso y el del condensado de epoxisilano a 60% en peso. Este recubrimiento permanece siendo incoloro incluso después de un ensayo en agua hirviendo durante dos horas - en la Figura 2 no se puede

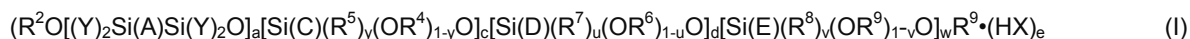
reconocer sombra oscura alguna - y muestra, además, una buena adherencia que se documenta con un corte reticular de 0.

La invención se explica con mayor detalle en lo que sigue con ayuda de los ejemplos de realización representados en las figuras. Representan:

- 5 Figura 1 recubrimiento con condensado de epoxisilano hidrolizado;
 Figura 2 recubrimiento a base de compuesto de silicio bis-aminofuncional y condensado de epoxisilano hidrolizado.

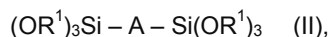
REIVINDICACIONES

1. Composición que contiene compuestos de silicio bis-aminofuncionales solubles en agua, y agua, en donde los compuestos de silicio se derivan de alcoxisilanos y presentan elementos estructurales reticulantes que forman estructuras en forma de cadena, cíclicas, reticuladas y/o reticuladas en el espacio, correspondiendo al menos una estructura en forma idealizada de la fórmula general I

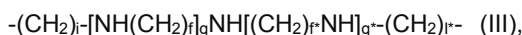


en donde en los elementos estructurales derivados de alcoxisilanos

- A corresponde a un radical bis-aminoalquilo,
- C corresponde a un radical alquilo,
- D corresponde a un radical epoxi o éter y
- E corresponde a un radical organofuncional,
- Y corresponde a OR^1 o en estructuras reticuladas y/o reticuladas en el espacio, independientemente uno de otro, a OR^1 u $O_{1/2}$,
- en donde R^1 , R^2 , R^4 , R^6 y/o R^9 corresponden a hidrógeno y R^5 corresponde a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de carbono lineal, ramificado o cíclico, R^7 y R^8 corresponden a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de carbono lineal, ramificado y/o cíclico, y
- HX representa un ácido, siendo X un radical ácido inorgánico u orgánico,
- con $0 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 1$, $0 \leq u \leq 1$, $v = 0$ o 1 , $a \geq 1$, $c \geq 0$, $d \geq 0$, $w \geq 0$, $e \geq 0$, y $(a+c+d+w) \geq 2$,
- estando la composición exenta de disolventes orgánicos y no liberando ya alcohol alguno durante la reticulación, siendo el contenido en disolventes orgánicos de la composición menor que 5% en peso y
- presentando un valor del pH entre 1 y 5,4,
- en donde A en el elemento estructural corresponde a un radical bis-aminoalquilo derivado de la fórmula general II



representando A un grupo bis-aminofuncional de la fórmula III



- en donde i, i*, f, f*, g o g* son iguales o diferentes, con i e i* = 1 a 8, f y f* = 1, 2 o 3, g y g* = 0, 1 o 2 y R^1 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, cíclico y/o ramificado, y
- en donde C en el elemento estructural corresponde a un radical alquilo derivado de la fórmula general VI



- con y = 0 o 1, correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 20 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R^5 a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y/o a un radical arilo, R^4 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y
- en donde D en el elemento estructural corresponde a un radical epoxi o éter derivado de la fórmula general VII



- con u = 0 o 1, en donde D corresponde a un radical 3-glicidoxialquilo, 3-glicidoxipropilo, epoxialquilo, epoxicicloalquilo, polialquilglicolalquilo o a un radical polialquilglicol-3-propilo, R^7 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y R^6 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y
- en donde E en el elemento estructural corresponde a un radical organofuncional derivado de la fórmula general VIII



- con v = 0 o 1, en donde R^8 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico,
- E corresponde a un radical $R^{8*}-Y_m-(CH_2)_s-$, en donde R^{8*} corresponde a un radical alquilo con 1 a 9 átomos de C monofluorado, oligofluorado o perfluorado o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, además, Y corresponde a un radical CH_2 , O, arilo o S, y m es = 0 o 1 y s es = 0 o 2 y/o
 - E corresponde a un radical vinilo, alilo, isopropenilo, a un radical mercaptoalquilo, a un radical sulfanalquilo, a un radical ureidoalquilo, a un radical acriloxialquilo o a un radical alcoxi con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, y
 - R^9 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico.

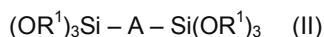
2. Composición según la reivindicación 1, caracterizada por que presenta un valor del pH entre 3,0 y 5,4, en particular un valor del pH de 3,5 a 5,4.

3. Composición según la reivindicación 1 o 2, caracterizada por que para el elemento estructural con contenido en C, un radical alquilo, $c \geq 1$.

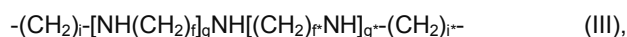
5 4. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que el ácido es ácido fórmico, ácido acético, un sol de sílice de carácter ácido, ácido acético glacial, ácido nítrico, ácido sulfúrico y/o ácido fosfórico.

5. Procedimiento para la preparación de una composición que contiene compuestos de silicio bis-aminofuncionales solubles en agua y exentos de grupos alcoxi, agua y un ácido caracterizado por que

10 a) se disponen agua, un ácido, eventualmente alcohol y eventualmente un catalizador y
- se hidroliza al menos un bis-aminosilano de la fórmula II



correspondiendo A a un grupo bis-aminofuncional de la fórmula III



15 en donde i, i*, f, f*, g o g* son iguales o diferentes, con i y/o i* = 1 a 8, f y/o f* = 1, 2 o 3, g y/o g* = 0, 1 o 2 y R¹ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal, cíclico y/o ramificado, y/o sus productos de condensación y eventualmente
- al menos un alquilalcoxisilano de la fórmula general VI



con y = 0 o 1, correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 20 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R⁵ a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o a un radical arilo, R⁴ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente
- al menos un epoxi- o éter-alcoxisilano de la fórmula general VII



con u = 0 o 1, en donde D corresponde a un radical 3-glicidoxialquilo, 3-glicidoxipropilo, epoxialquilo, epoxicicloalquilo, polialquilglicolalquilo o a un radical polialquilglicol-3-propilo, R⁷ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y R⁶ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente

30 - al menos un alcoxisilano organofuncional de la fórmula VIII



con v = 0 o 1, en donde R⁸ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, E corresponde a un radical R^{8*}-Y_m-(CH₂)_s-, en donde R^{8*} corresponde a un radical alquilo con 1 a 9 átomos de C monofluorado, oligofluorado o perfluorado o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, además, Y corresponde a un radical CH₂, O, arilo o S, y m es = 0 o 1 y s es = 0 o 2, o a un radical vinilo, alilo, isopropenilo, a un radical mercaptoalquilo, a un radical sulfanalquilo, a un radical ureidoalquilo, a un radical acriloxialquilo o a un radical alcoxi con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, y R⁹ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación,

40 - y el alcohol se separa, oscilando el valor del pH de la composición después de la separación del alcohol entre 1,0 y 5,4, o

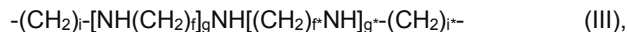
b) se dispone una disolución acuosa de al menos un silano soluble en agua de la fórmula general II tal como se define en la reivindicación 5 y, opcionalmente, de la fórmula VII tal como se define en la reivindicación 5, o sus productos de condensación o los productos de la hidrólisis solubles en agua de un silano de la fórmula general VI tal como se define en la reivindicación 5,

45 - y se hidroliza, y el alcohol se separa, oscilando el valor del pH de la composición después de la separación del alcohol entre 1,0 y 5,4.

6. Procedimiento para la preparación de una composición que contiene compuestos de silicio solubles en agua, bis-aminofuncionales y exentos de grupos alcoxi, agua y un ácido, caracterizado por que se disponen un disolvente orgánico, agua, un ácido y/o eventualmente un catalizador y - se hidrolizan al menos un bis-aminoalcoxisilano de la fórmula II



correspondiendo A a un grupo bis-aminofuncional de la fórmula III



10 en donde i, i*, f, f*, g o g* son iguales o diferentes, con i y/o i* = 1 a 8, f y/o f* = 1, 2 o 3, g y/o g* = 0, 1 o 2 y R¹ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal, cíclico y/o ramificado, y/o sus productos de condensación y eventualmente

- al menos con un alquilalcoxisilano de la fórmula general VI



15 con y = 0 o 1, correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 20 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R⁵ a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y/o a un radical arilo, R⁴ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente

- al menos un epoxi- o éter-alcoxisilano de la fórmula general VII



20 con u = 0 o 1, en donde D corresponde a un radical 3-glicidoxialquilo, 3-glicidoxipropilo, epoxialquilo, epoxicicloalquilo, polialquilglicolalquilo o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, R⁷ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y R⁶ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación, y eventualmente

- al menos un alcoxisilano organofuncional de la fórmula VIII



25 con v = 0 o 1, en donde R⁸ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, E corresponde a un radical R^{8*}-Y_m-(CH₂)_s-, en donde R^{8*} corresponde a un radical alquilo con 1 a 9 átomos de C monofluorado, oligofluorado o perfluorado o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, además, Y corresponde a un radical CH₂, O, arilo o S, y m es = 0 o 1 y s es = 0 o 2, o a un radical vinilo, alilo, isopropenilo, a un radical mercaptoalquilo, a un radical sulfanalquilo, a un radical ureidoalquilo, a un radical acriloxialquilo o a un radical alcoxi con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, y R⁹ corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación,

30 - y el alcohol de la hidrólisis y el disolvente se separan, y

- el valor del pH de la composición después de la separación del alcohol de la hidrólisis y del disolvente oscila entre 1,0 y 5,4.

35 7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que el disolvente comprende al menos un alcohol elegido del grupo metanol, etanol, propanol y/o sus mezclas.

40 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 5 a 7, caracterizado por que los silanos de la fórmula general II, IV, VI, VII y/u VIII, sus productos de condensación y/o mezclas de estos se añaden en disolución acuosa y/o alcohólica, en particular, por que los silanos de la fórmula general II, IV, VI, VII y/u VIII y/o sus productos de condensación se añaden sucesivamente o como mezcla.

45 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 6 a 8, caracterizado por que se dispone un alcohol, se añaden al menos un bis-aminoalcoxisilano de la fórmula general II y/o su producto de condensación y mediante la adición de agua y eventualmente de un ácido se hidrolizan y eventualmente se condensan, en particular se añaden a continuación al menos un alcoxisilano de la fórmula VI y eventualmente al menos un aminoalquilalcoxisilano de la fórmula IV, eventualmente al menos un epoxi- o éter-alcoxisilano de la fórmula general VII y eventualmente al menos un alcoxisilano organofuncional de la fórmula VIII y/o sus productos de condensación sucesivamente o como mezcla.

10. Procedimiento para la preparación de una composición que contiene compuestos de silicio solubles en agua, bis-aminofuncionales y exentos de grupos alcoxi, agua y un ácido, caracterizado por que se disponen

- al menos un epoxi- o éter-alcoxisilano de la fórmula general VII



con $u = 0$ o 1 , en donde D corresponde a un radical 3-glicidoxialquilo, 3-glicidoxipropilo, epoxialquilo, epoxicicloalquilo, polialquilglicolalquilo o a un radical polialquilglicol-3-propilo, R^7 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y R^6 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación, y/o

10 - al menos un alquilalcoxisilano de la fórmula general VI



con $y = 0$ o 1 , correspondiendo C a un radical alquilo con 1 a 20 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, R^5 a un radical alquilo con 1 a 12 átomos de C lineal, ramificado o cíclico y/o a un radical arilo, R^4 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico y/o sus productos de condensación,

15 y/o

- al menos un alcoxisilano organofuncional de la fórmula VIII



con $v = 0$ o 1 , en donde R^8 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, E corresponde a un radical $R^{8*}-Y_m-(CH_2)_s-$, en donde R^{8*} corresponde a un radical alquilo con 1 a 9 átomos de C monofluorado, oligofluorado o perfluorado o a un radical arilo monofluorado, oligofluorado o perfluorado, en donde, además, Y corresponde a un radical CH_2 , O, arilo o S, y m es $= 0$ o 1 y s es $= 0$ o 2 , o a un radical vinilo, alilo, isopropenilo, a un radical mercaptoalquilo, a un radical sulfanalquilo, a un radical ureidoalquilo, a un radical acriloxialquilo o a un radical alcoxi con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado o cíclico, y R^9 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C lineal, ramificado y/o cíclico, y/o sus productos de condensación,

20 - y en presencia de agua y en presencia de un ácido y opcionalmente de un catalizador, y eventualmente de un disolvente se hidrolizan al menos en parte y,

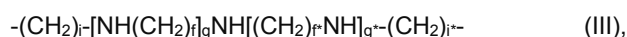
25 - a continuación, en una segunda etapa de hidrólisis

- en presencia de agua adicional y eventualmente de ácido adicional, se hidrolizan

- al menos un bis-aminoalcoxisilano de la fórmula II



correspondiendo A a un grupo bis-aminofuncional de la fórmula III



en donde i, i^* , f, f^* , g o g^* son iguales o diferentes, con i e $i^* = 1$ a 8, f y $f^* = 1$, 2 o 3, g y $g^* = 0$, 1 o 2 y R^1 corresponde a un radical alquilo con 1 a 4 átomos de C, lineal, cíclico y/o ramificado, y/o sus productos de condensación,

35 - y el alcohol se separa, y

- el valor del pH de la composición después de la separación del alcohol oscila entre 1,0 y 5,4.

11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 5 a 10, caracterizado por que se agregan cargas inorgánicas.

40 12. Composición, obtenible según una de las reivindicaciones 5 a 11.

13. Uso de una composición según la reivindicación 1 o 12, en mezclas con composiciones basadas en silano, conteniendo la mezcla opcionalmente una composición que comprende compuestos de silicio bis-aminofuncionales junto con una composición basada en silano a base de silanos alquil-, alquenil-, aril-, epoxi-, dihidroxialquil-, aminoalquil-, polialquilglicolalquil-, halogenoalquil-, mercaptoalquil-, sulfanalaquil-, ureidoalquil-, acriloxialquil-
45 funcionales y/o tetraalcoxi-funcionales y/o sus mezclas.

14. Uso según la reivindicación 13 para la modificación, para el tratamiento de superficies de sustratos y/o para la constitución de una capa de barrera sobre superficies de sustratos, para la hidrofobización, como protección frente a la corrosión, para la consolidación de rocas y/u oleofobización de superficies de sustratos, para la hidrofobización de

- metal tal como acero fino, aluminio, acero, titanio, vidrio, material sintético, polímeros, superficies minerales, hormigón, ladrillos, mortero, solado, piedra arenisca, fibras naturales, papel, madera, para la imprimación de superficies de vidrio, superficies de metales, superficies minerales, hormigón, mortero, solado, piedra arenisca o fibras naturales, papel, madera, como protección frente a la corrosión de metales, hormigón, mortero y/o ladrillos, y/o como aditivo en formulaciones de barniz o resina acuosas o como recubrimiento anti-huella dactilar, como protección frente a la corrosión de metales o bien de superficies metálicas no tratadas o pre-tratadas, en particular de superficies metálicas fosfatadas, cromatadas, cromitadas o zincadas, así como de superficies metálicas zincadas que, por su parte, están fosfatadas, cromatadas o cromitadas.
- 5
15. Uso de una composición según la reivindicación 1 o 12, para la modificación, para el tratamiento de superficies de sustratos y/o para la constitución de una capa de barrera sobre superficies de sustratos, para la hidrofobización, como protección frente a la corrosión, para la consolidación de rocas y/u oleofobización de superficies de sustratos, para la hidrofobización de metal tal como acero fino, aluminio, acero, titanio, vidrio, material sintético, polímeros, superficies minerales, hormigón, ladrillos, mortero, solado, piedra arenisca, fibras naturales, papel, madera, para la imprimación de superficies de vidrio, superficies de metales, superficies minerales, hormigón, mortero, solado, piedra arenisca o fibras naturales, papel, madera, como protección frente a la corrosión de metales, hormigón, mortero y/o ladrillos, y/o como aditivo en formulaciones de barniz o resina acuosas o como recubrimiento anti-huella dactilar, como protección frente a la corrosión de metales o bien de superficies metálicas no tratadas o pre-tratadas, en particular de superficies metálicas fosfatadas, cromatadas, cromitadas o zincadas, así como de superficies metálicas zincadas que, por su parte, están fosfatadas, cromatadas o cromitadas.
- 10
- 15

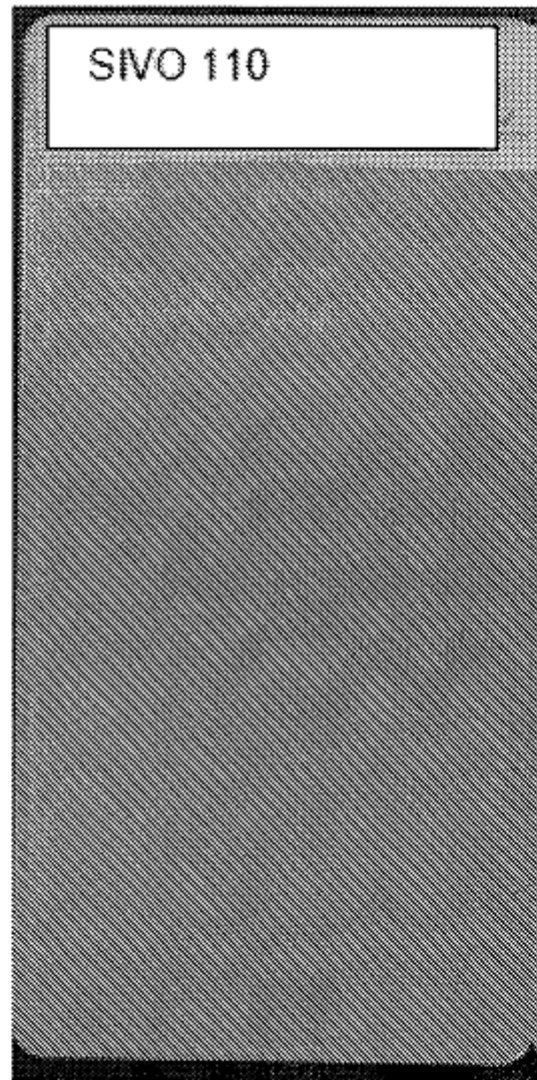


Figura 1

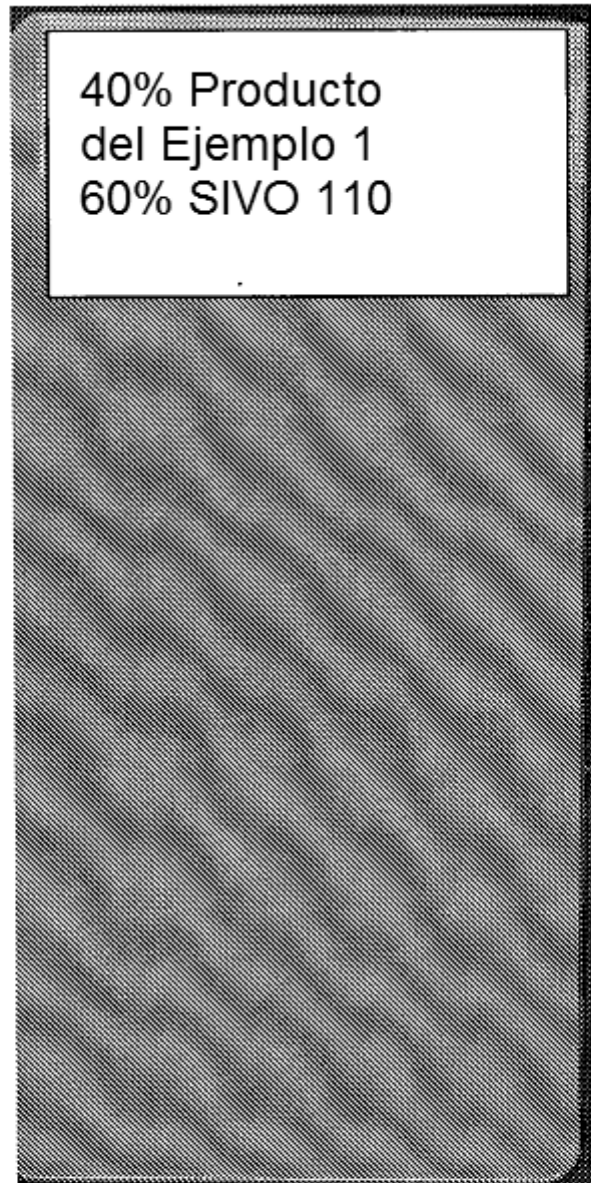


Figura 2