



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

**ESPAÑA** 



(1) Número de publicación: 2 763 932

⑤1 Int. Cl.: C07F 7/18

(2006.01)

(12)

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

**T3** 

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 03.01.2018 E 18150224 (6)
 (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 13.11.2019 EP 3473633

(54) Título: Una composición incolora que contiene hidrocloruro de 3-(N-vinilbencil-2-aminoetil) aminopropiltrimetoxisilano y metanol, un procedimiento para su producción y su empleo

(30) Prioridad:

18.10.2017 EP 17197077

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **01.06.2020** 

(73) Titular/es:

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

(72) Inventor/es:

STANDKE, BURKHARD; WASSMER, CHRISTIAN y BIBBO, KERSTIN

(74) Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

#### **DESCRIPCIÓN**

Una composición incolora que contiene hidrocloruro de 3-(N-vinilbencil-2-aminoetil)aminopropiltrimetoxisilano y metanol, un procedimiento para su producción y su empleo

Es objeto de la presente invención una composición incolora que contiene hidrocloruro de 3-(N-vinilbencil-2aminoetil)aminopropiltrimetoxisilano y metanol (a continuación también llamada disolución según la invención de manera abreviada), un procedimiento para su producción y su empleo.

Desde hace tiempo es conocido producir hidrocloruros de aminosilanos funcionalizados, por ejemplo de 3-(N-vinilbencil-2-aminoetil)aminopropiltrimetoxisilano o 3-(N-bencil-2-aminoetil)aminopropiltrimetoxisilano, y emplear éstos como agentes adhesivos (US 4,902,556, EP 353 766, US 4,849,294, EP 338 128, US 4,499,152, US 4,382,991, US 4,330,444, DE 28 02 242, JP 01-259369, EP 176 062, EP 590 270, WO 2005/118599, por citar solo algunos documentos).

10

15

20

45

No obstante, para muchas aplicaciones se requieren productos incoloros en medida creciente. En la reacción de cloruro de vinilbencilo (VBC) con N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano (DAMO) para la producción de un hidrocloruro de 3-(N-vinilbencil-2-aminoetil)aminopropiltrimetoxisilano, en la práctica técnica se obtiene lamentablemente un producto naranja/amarillento a naranja intenso/amarillento. En la producción se observan también precipitados interferentes, que se deben separar del producto a través de gasto adicional.

Por lo tanto, existía el problema de poner a disposición una disolución, o bien composición incolora, que contuviera al menos hidrocloruro de 3-(N-vinilbencil-2-aminoetil)aminopropiltrimetoxisilano como principio activo disuelto en metanol, y un procedimiento correspondiente que pudiera garantizar la producción de tal disolución incolora. También existía el objetivo de evitar precipitados en la producción a ser posible. En este caso, se debe entender por tal disolución incolora una composición, o bien disolución, que presenta un índice de color de Gardner < 2 (ISO 4630, 2015, medición espectrométrica), en especial un índice de color de ≤ 200 mg de Pt-Co/l según APHA/ISO 6271 (parte 2 medición espectrométrica).

Según la invención, la tarea se soluciona correspondientemente a las características en las reivindicaciones.

De este modo, sorprendentemente se descubrió que, como producto de reacción de los compuestos N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano y cloruro de vinilbencilo, se obtiene una disolución, o bien composición prácticamente incolora, entre otros de hidrocloruro de 3-(N-vinilbencil-2-aminoetil)-aminopropiltrimetoxisilano en metanol, si el cloruro de vinilbencilo empleado se somete en primer lugar a destilación fraccionada bajo adición de al menos un estabilizador, la subsiguiente reacción con N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano se realiza en metanol, y de este modo se puede obtener el producto ventajosamente.

En este caso se descubrió que, en una reacción realizada de este modo, no se producen ventajosamente precipitados o turbideces de producto. Opcionalmente se puede diluir una disolución, o bien composición obtenida de este modo, de manera definida bajo adición de metanol, así como añadir adicionalmente cantidades definidas de N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano.

35 De este modo se puede poner a disposición ventajosamente una composición, o bien disolución, que presenta un índice de color de Gardner < 2 y en especial un índice de color de ≤ 200 mg de Pt-Co/l (según APHA).

Es objeto de la presente invención un procedimiento para la producción de una disolución incolora que contiene hidrocloruro de 3-(N-vinilbencil-2-aminoetil)aminopropiltrimetoxisilano y metanol, presentando la disolución un índice de color APHA de ≤ 200 mg de Pt-Co/l,

- sometiéndose a destilación fraccionada los componentes de educto cloruro de vinilbencilo bajo adición de al menos un estabilizador en el paso 1, y
  - disponiéndose N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano y metanol y añadiéndose con dosificación bajo entremezclado el destilado (cloruro de vinilbencilo) del paso 1 en una proporción molar de N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano respecto a cloruro de vinilbencilo de 1,0 a 0,60 hasta 1,0 a 1,15, preferentemente 1 a 0,99 hasta 1,01, a una temperatura en el intervalo de 40 a 60°C, y dejándose reaccionar en el paso 2.

En el paso 1 del procedimiento según la invención se emplea ventajosamente al menos un estabilizador de la serie nitrometano, 4-terc-butil-pirocatecol y/o 2,4-dinitrofenol.

En el procedimiento según la invención se dispone N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano y metanol preferentemente en una proporción ponderal de 80 a 20 hasta 30 a 70, preferentemente de 70 a 30 hasta 40 a 60, en especial de 60 a 40 hasta 50 a 50, en el paso 2.

Además, en el procedimiento según la invención se emplea preferentemente un cloruro de vinilbencilo con un índice de color APHA ≤ 5 mg de Pt-Co/l en el paso 2, como se ha obtenido, por ejemplo, ventajosamente en el paso 1.

De modo conveniente, en el procedimiento según la invención, la mezcla de productos presente tras la reacción en el paso 2 se deja reaccionar posteriormente a una temperatura en el intervalo de 40 a 60ºC aún durante un tiempo de 30 minutos a 3 horas bajo entremezclado.

Además, la composición obtenida en, o bien según el paso 2, se puede diluir bajo adición de metanol.

Además, de modo ventajoso, se puede añadir adicionalmente una cantidad definida de N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano (DAMO) a la composición obtenida en el paso 2, convenientemente 0 a 50 % en peso, preferentemente 1 a 20 % en peso, en especial hasta 5 % en peso, referido a la composición.

De este modo, la composición presente a continuación del paso 2 se puede ajustar ventajosamente a un contenido en principio activo [principio activo, es decir, al menos dos compuestos de la serie de Fórmulas I a VI indicadas a continuación] de 20 a 80 % en peso, preferentemente 30 a 70 % en peso, de modo especialmente preferente 35 a 60 % en peso, en especial de 40 a 50 % en peso, referido a la composición, bajo adición de metanol.

A modo de ejemplo, se puede ilustrar hidrocloruro de 3-(N-vinilbencil-2-aminoetil)aminopropiltrimetoxisilano mediante la siguiente fórmula, en este caso, el grupo vinilo puede estar dispuesto en posición orto, meta y para del anillo aromático de 6 eslabones, preferentemente en posición para, e y puede representar 0, 1 o 2:

De modo ventajoso, una composición producida, o bien obtenida conforme al procedimiento según la invención puede contener adicionalmente una proporción de N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, o bien hidrocloruro de N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, véase la siguiente Fórmula I, pudiendo representar y 0, 1 o 2:

 $(H_3CO)_3Si-(CH_2)_3NH(CH_2)_2NH_2 \times (HCI)_y$  Fórmula I

5

15

20

25

Además, junto al 3-(N-vinilbencil-2-aminoetil)aminopropiltrimetoxisilano, véase también la siguiente Fórmula II

$$(H_3CO)_3Si\text{-}(CH_2)_3NH(CH_2)_2NH \times (HCl)_y$$
 Fórmula II

en el procedimiento según la invención se pueden formar los siguientes productos de sustitución, pudiendo representar y 0, 1 o 2 también en este caso:

$$(H_3CO)_3Si\text{-}(CH_2)_3N(CH_2)_2NH_2$$
  $\times$   $(HCI)_y$  Fórmula III

 $(H_3CO)_3Si$ - $(CH_2)_3N(CH_2)_2NH \times (HCl)_v$  Fórmula IV

$$(H_3CO)_3Si\text{-}(CH_2)_3NH(CH_2)_2N \times (HCl)_y$$
 Fórmula V

У

$$(H_3CO)_3Si\text{-}(CH_2)_3N(CH_2)_2N \times (HCl)_y$$
 Fórmula VI

- El procedimiento según la invención se puede realizar en general de la siguiente manera: para la realización del paso 1 del presente procedimiento, con el fin de obtener el componente de educto VBC en forma apropiada, se emplea una unidad de destilación, o bien rectificación, que comprende, a modo de ejemplo pero no exclusivamente una caldera calentable/refrigerable con dispositivo agitador y control/regulación de temperatura, columna de separación superpuesta, opcionalmente con empaquetadura, distribuidor de reflujo y deposito de alimentación, bomba rotativa a paletas de aceite, así como unidad de medición de presión/regulación de presión, incluyendo trampa de refrigeración. En el paso 1 se añade ventajosamente al VBC al menos un estabilizador de la serie nitrometano, 4-terc-butilpirocatecol y/o 2,4-dinitrofenol. Por regla general se desechan primeras fracciones y residuo de destilación de la destilación fraccionada.
  - En el presente procedimiento, la reacción según el paso 2 se realiza convenientemente pero no de manera exclusiva en una caldera de agitación calentable/refrigerable, es decir, regulada en temperatura, con refrigerante de reflujo y

unidad de dosificación apropiada para los componentes de educto. De este modo, en el paso 2 según el presente procedimiento se dispone convenientemente N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano (DAMO) y metanol y se dosifica bajo entremezclado el destilado (cloruro de vinilbencilo = VBC) del paso 1 en una proporción molar de N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano respecto a cloruro de vinilbencilo, a modo de ejemplo – pero no exclusivamente – de 1,0 a 0,60 hasta 1,0 a 1,15, en especial de 1 a 1, a una temperatura en el intervalo de 40 a 60ºC en la presente mezcla de N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano y metanol, y de modo apropiado se deja reaccionar posteriormente algún tiempo bajo entremezclado y control de temperatura. En la reacción según el paso 2 del presente procedimiento ya no se producen ventajosamente precipitados, o bien turbideces, de modo que se puede prescindir ventajosamente de medidas de elaboración adicionales. De este modo se puede obtener directamente un producto claro, prácticamente incoloro, con un índice de color APHA de ≤ 200 mg de Pt-Co/l, que se puede ajustar además de manera selectiva, a modo de ejemplo, a un contenido en el denominado principio activo en la composición incolora según la invención de 20 a 80 % en peso, referido a la composición total, mediante adición de metanol, así como opcionalmente de DAMO; es decir, en este caso, bajo el concepto principio activo se entiende una mezcla de al menos dos compuestos de la serie de Fórmulas I a VI indicadas anteriormente.

Además, la composición obtenida según la invención se puede ajustar adicionalmente a un valor de pH definido, a modo de ejemplo – pero no exclusivamente – mediante adición de ácido acético, es decir, en especial ácido acético concentrado. De este modo, una composición según la invención se puede ajustar ventajosamente a un valor de pH de 5 a 6. A tal efecto, el valor de pH se puede determinar por medio de un electrodo de vidio (firma Methrom).

Por lo tanto, es objeto de la presente invención una composición que es obtenible, o bien se obtiene conforme al procedimiento según la invención.

Por consiguiente, también es objeto de la presente invención una composición incolora que comprende al menos dos compuestos de la serie según las Fórmulas I a VI y metanol, presentando la composición, o bien disolución, un contenido en principio activo de 20 a 80 % en peso, referido a la composición total, y un índice de color de APHA de ≤ 200 mg de Pt-Co/l.

25 Una composición según la invención contiene preferentemente

metanol de 20 a 70 % en peso, preferentemente 40 a 60 % en peso,

DAMO de 0 a 60, preferentemente 0,01 a 30 % en peso,

compuesto según la Fórmula II<sup>1)</sup> de 12 a 18 % en peso,

compuesto según la Fórmula III<sup>1)</sup> de 11 a 15 % en peso,

30 compuestos según las Fórmulas IV1) y VI1) en suma de 27 a 38 % en peso, así como

compuesto según la Fórmula V1) de 3 a 6 % en peso,

referido respectivamente a la composición total, y dando por resultado todos los componentes de la composición en suma 100 % en peso [¹]: la proporción de HCl en dicho compuesto según las respectivas fórmulas no se debe considerar en este caso].

- La composición según la invención, o bien los productos, o bien las disoluciones obtenidas según la invención, son apropiados ventajosamente como agente adhesivo entre superficies inorgánicas y orgánicas, en especial en el refuerzo de polímeros orgánicos con cargas inorgánicas, preferentemente oxídicas, fibras de vidrio o partículas metálicas, así como en el revestimiento de superficies inorgánicas, preferentemente de metales, óxidos metálicos o vidrio, o polímeros orgánicos.
- 40 Por consiguiente, es igualmente objeto de la presente invención el empleo de una composición según la invención, o bien una composición obtenida, o bien producida según la invención, como agente adhesivo entre superficies inorgánicas y orgánicas, en el refuerzo de polímeros orgánicos con cargas inorgánicas, en el revestimiento de superficies inorgánicas o polímeros orgánicos, así como en polímeros reforzados con fibras como agente adhesivo entre fibras inorgánicas y polímeros orgánicos.
- 45 La presente invención se explica más detalladamente por medio de los siguientes ejemplos, sin limitar el objeto.

#### **Ejemplos:**

#### Métodos de análisis:

La determinación de cloruro hidrolizable: se disuelven 5 g de muestra en un vaso de precipitados de 150 ml con 20 ml de etanol y 80 ml de ácido acético. El contenido en cloruro se determina mediante titración potenciográfica con disolución de nitrato de plata [c (AgNO<sub>3</sub>) = 0,01 mol / l]. Se determina del mismo modo un corte de reactivo.

5 Cálculo:

15

Cloruro  $[mg/kg] = (A - B) \times 355/E$ 

A = consumo para la muestra en ml

B = consumo para el comprimido en ml

E = cantidad de muestra en g

10 La determinación por ¹³C-NMR y ¹H-NMR se efectuó por medio de "400MHz Bruker NMR", se empleó CDCl₃ como disolvente.

La determinación de los índices de color se efectuó según la norma DIN EN ISO 6271 (parte 2, medición espectroscópica, índice de color APHA, a continuación también llamado ISO 6271 de manera abreviada), así como según la norma DIN EN ISO 4630 (2015, medición espectroscópica, índice de color de Gardner, a continuación llamado también ISO 4630 de manera abreviada).

Los índices de refracción se determinaron según la norma DIN 51423, y las densidades según la norma DIN 51757.

#### Ejemplo comparativo 1:

Aparato: matraz de cuatro bocas de 250 ml con agitador KPG, embudo de goteo, refrigerador intensivo, termómetro de cola, baño de aceite con regulación de temperatura.

Se dispusieron bajo agitación 36,99 g de Dynasylan® DAMO [N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano] y 24,58 g de metanol bajo agitación. A una temperatura de cola de 50°C se añadieron gota a gota 21,66 g de cloruro de vinilbencilo – como se encuentra disponible en el mercado – (firma YANCHENG XINGCHEN CHEMICAL Co., llamado 4-clorometilestireno previamente, y a continuación también cloruro de vinilbencilo de manera abreviada) en el intervalo de 51 min. Tras adición de aproximadamente 2 ml de cloruro de vinilbencilo se produce una fuerte coloración amarilla en la cola. La temperatura de cola máxima durante la adición de cloruro de vinilbencilo ascendía a 55°C. Una vez concluida la adición de cloruro de bencilo se agitó posteriormente 2 h a 50°C-55°C. A continuación se diluyó la mezcla de reacción con 56,70 g de metanol. Se obtuvo un producto claro teñido de naranja (139,93 g).

Resultados de análisis respecto al producto del Ensayo comparativo 1:

Determinación	Resultado	Método	
Cloruro hidrolizable [w/w %]	3,7	Como se describe anteriormente	
Índice de color de Gardner	9	ISO 4630	
Índice de color APHA [mg de Pt-Co/l]	*)	ISO 6271	
Índice de refracción	1,3993	DIN 51423	
Densidad (20°C) [g/cm³]	0,910	DIN 51757	

[\*) un valor de 1 según Gardner/ISO 4630 corresponde aproximadamente a un valor de 120 mg de Pt-Co/l según APHA/ISO 6271]

30

#### Ejemplo 1:

En primer lugar se trató previamente el componente de educto cloruro de vinilbencilo (VBC) de la firma YANCHENG XINGCHEN CHEMICAL Co., Ltd.):

Aparato: matraz de cuatro bocas de 500 ml con agitador KPG, tubo de columna (I=25cm, NS 29/32), una empaquetadura Carbon Sulzer (I=50mm, d=28mm), termómetro de cola y cabeza, distribuidor de reflujo, bomba rotativa a paletas de aceite, manómetro, trampa de refrigeración, baño de aceite con regulación de temperatura.

Se mezclaron 410,288 g de cloruro de vinilbencilo (amarillo) con 0,361 g de nitrometano y se dispusieron en el matraz de cuatro bocas de 500 ml. En el intervalo de 3,25 h se extrajo a una temperatura de cola de aproximadamente 80ºC y una presión absoluta de aproximadamente 0,1 mbar 188,9 g de un destilado claro incoloro (fracción 1). Éste se estabilizó adicionalmente con 0,191 g de TBC (4-terc-butilpirocatecol). Después de otras dos horas de destilación se extrajeron adicionalmente 197,25 g de destilado claro e incoloro. Tras la destilación se aislaron 8,3 g de residuo de destilación marrón, ligeramente viscoso, en la cola.

Tabla 2: resultados de análisis respecto a cloruro de vinilbencilo:

	Índice de color de Gardner ISO 4630	Índice de color APHA [mg de Pt-Co/l] ISO 6271			
Cloruro de vinilbencilo no tratado	3	*)			
Cloruro de vinilbencilo / fracción 1	-	<5			
Cloruro de vinilbencilo / fracción 2	-	<5			
[*) un valor de 1 según Gardner corresponde aproximadamente a un valor de 120 mg de Pt-Co/l según APHA/ISO 6271]					

A continuación se efectuó la síntesis de una disolución metanólica que contenía hidrocloruro de 3-(N-bencil-2aminoetil)-aminopropiltrimetoxisilano.

Aparato: matraz de cuatro bocas de 1000 ml con agitador KPG, embudo de goteo, refrigerante intensivo, termómetro de cola, baño de aceite con regulación de temperatura.

Se dispusieron 148,52 g de Dynasylan® DAMO (N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano) y 97,94 g de metanol bajo agitación. A una temperatura de cola de 55°C se añadieron gota a gota 86,74 g de cloruro de vinilbencilo en el intervalo de 48 minutos. Tras adición de aproximadamente 2 ml de cloruro de vinilbencilo, la cola es aún clara e incolora. La temperatura de cola máxima durante la adición de cloruro de vinilbenceilo ascendía a 59ºC. Una vez concluida la adición de cloruro de vinilbencilo se agitó adicionalmente 2 h más a 50-55°C. A continuación se diluyó la mezcla de reacción con 227,08 g de metanol. Se obtuvieron 556,28 g de producto claro prácticamente incoloro [principio activo en metanol], véase la Tabla 3.

### Tabla 3: resultados de análisis respecto a la composición del Ejemplo 1

Determinación	Resultado	Método de determinación	
Cloruro hidrolizable [w/w %]	3,7	Como se describe anteriormente	
Índice de color APHA [mg de Pt-Co/l]	115	ISO 6271	
Índice de refracción	1,4054	DIN 51423	
Densidad (20°C) [g/cm³]	0,912	DIN 51757	
[*) un valor de 1 según Gardner corresponde	e aproximadamente a	un valor de 120 mg de Pt-Co/l según APHA/ISO	

#### Ejemplo 2:

Se añadieron 2,5 g de DAMO a 47,5 g de la composición que contenía metanol del Ejemplo 1, véase la Tabla 4.

Tabla 4: resultados de análisis del Ejemplo 2 y del Ejemplo comparativo 1:

30

5

10

15

20

## ES 2 763 932 T3

Método	de determinación	Unidad	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo 2
Cloruro hidrolizable		% en peso	3,7	3,5
Densid	ad (20ºC)	g/cm <sup>3</sup>	0,910	0,918
Índice	de color	Índice de Gardner (índice de color APHA)	9	< 1 (115 mg de Pt-Co/l)
Índice	de refracción (20ºC)		1,3993	1,4071
	Compuesto(s) según			
Valoración por NMR	Fórmula I	% en moles	45,4	48,5
	Fórmula II	% en moles	14,9	13,3
	Fórmula III	% en moles	12,4	12,2
	Fórmula V	% en moles	6,2	5,0
	Fórmula IV y Fórmula VI	% en moles	21,1	21,1

#### REIVINDICACIONES

- 1. Procedimiento para la producción de una disolución incolora que contiene hidrocloruro de 3-(N-vinilbencil-2-aminoetil)aminopropiltrimetoxisilano y metanol, presentando la disolución un índice de color APHA de ≤ 200 mg de Pt-Co/l,
- 5 sometiéndose a destilación fraccionada los componentes de educto cloruro de vinilbencilo bajo adición de al menos un estabilizador en el paso 1, y
  - disponiéndose N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano y metanol y añadiéndose con dosificación bajo entremezclado el destilado (cloruro de vinilbencilo) del paso 1 en una proporción molar de N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano respecto a cloruro de vinilbencilo de 1,0 a 0,60 hasta 1,0 a 1,15 a una temperatura en el intervalo de 40 a 60°C, y dejándose reaccionar en el paso 2.
  - 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que en el paso 1 se emplea al menos un estabilizador de la serie nitrometano, 4-terc-butil-pirocatecol y/o 2,4-dinitrofenol.
  - 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que en el paso 2 se emplea un cloruro de vinilbencilo con índice de color APHA ≤ 5 mg de Pt-Co/l.
- 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que en el paso 2 se dosifica N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano a cloruro de vinilbencilo en una proporción molar de 1,0 a 0,8 hasta 1,0 a 1,05, preferentemente de 1,0 a 0,99 hasta 1,0 a 1,01.
  - 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que en el paso 2 se dispone N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano y metanol en una proporción ponderal de 80 a 20 hasta 30 a 70.
- 20 6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por que en el paso 2 se dispone N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano y metanol en una proporción ponderal de 70 a 30 hasta 40 a 60.
  - 7. Procedimiento según la reivindicación 5 o 6, caracterizado por que en el paso 2 se dispone N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano y metanol en una proporción ponderal de 60 a 40 hasta 50 a 50.
- 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que la mezcla de productos presente tras la reacción en el paso 2 se deja reaccionar posteriormente a una temperatura en el intervalo de 40 a 60°C aún durante un tiempo de 30 minutos a 3 horas bajo entremezclado.
  - 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que la composición obtenida en el paso 2 se diluye bajo adición de metanol.
- 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que a la composición obtenida en el paso
  2 se añade una cantidad definida de N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, preferentemente en una cantidad de 0 a 50 % en peso, referido a la composición.
  - 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por que la composición presente a continuación del paso 2 se ajusta a un contenido en principio activo en suma de 20 a 80 % en peso, referido a la composición, bajo adición de metanol.
- 12. Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado por que la composición presente a continuación del paso 2 se ajusta a un contenido en principio activo de 30 a 70 % en peso, referido a la composición, bajo adición de metanol.
  - 13. Composición obtenible según una de las reivindicaciones 1 a 12.
  - 14. Composición según al menos una de las reivindicaciones 1 a 13 que comprende al menos dos compuestos de la serie según las Fórmulas I a VI,
- 40  $(H_3CO)_3Si-(CH_2)_3NH(CH_2)_2NH_2 \times (HCI)_y$  Fórmula I

$$(H_3CO)_3Si$$
- $(CH_2)_3NH(CH_2)_2NH \times (HCl)_y$  Fórmula II

 $(H_3CO)_3Si\text{-}(CH_2)_3N(CH_2)_2NH_2\ x\ (HCl)_y \qquad \text{F\'ormula III}$ 

$$(H_3CO)_3Si\text{-}(CH_2)_3NH(CH_2)_2N \times (HCl)_y$$
 Fórmula V

у

$$(H_3CO)_3Si$$
- $(CH_2)_3N(CH_2)_2N \times (HCI)_y$  Fórmula VI

5 pudiendo representar y respectivamente 0, 1 o 2,

## ES 2 763 932 T3

y metanol, presentando la composición, o bien disolución, un contenido en principio activo de 20 a 80 % en peso, referido a la composición total, y un índice de color APHA de ≤ 200 mg de Pt-Co/l.

15. Empleo de una composición según al menos una de las reivindicaciones 1 a 14 como agente adhesivo entre superficies inorgánicas y orgánicas, en el refuerzo de polímeros orgánicos con cargas inorgánicas, en el revestimiento de superficies inorgánicas o polímeros orgánicos, así como en polímeros reforzados con fibras como agente adhesivo entre fibras inorgánicas y polímeros orgánicos.