



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



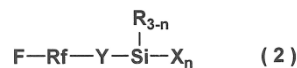
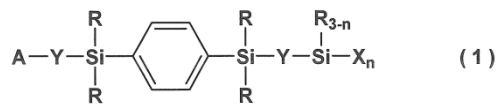
1-0039397

(51)^{2020.01} C09D 183/08; C09K 3/18 (13) B

- (21) 1-2020-04140 (22) 03/12/2018
(86) PCT/JP2018/044393 03/12/2018 (87) WO2019/142516 25/07/2019
(30) 2018-008024 22/01/2018 JP
(45) 25/04/2024 433 (43) 25/11/2020 392A
(73) SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD. (JP)
6-1, Ohtemachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 1000004, Japan
(72) MORI Seiya (JP); SAKOH Ryusuke (JP).
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) CHẾ PHẨM PHỦ, CHẤT XỬ LÝ BỀ MẶT CHỨA CHẾ PHẨM NÀY, VÀ VẬT PHẨM ĐƯỢC XỬ LÝ BỀ MẶT BẰNG CHẤT XỬ LÝ BỀ MẶT NÀY

(57)



Sáng chế đề cập đến chất xử lý bề mặt chứa chế phẩm phủ chứa (A) một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ các hợp chất trong số hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất siloxan được đại diện bằng công thức (1) và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của các hợp chất này và (B) một hoặc nhiều hợp chất được chọn trong số các hợp chất silan hoặc hợp chất siloxan được đại diện bằng công thức (2) và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của các hợp chất với tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 50:50 đến 90:10 có thể tạo ra màng phủ đã được hóa rắn có khả năng hiển thị dấu tay thấp rất tốt. Trong công thức (1), A là $-\text{C}(=\text{O})\text{OR}^1$, $-\text{C}(=\text{O})\text{NR}^1_2$, $-\text{C}(=\text{O})\text{SR}^1$ hoặc $-\text{P}(=\text{O})(\text{OR}^1)_2$; R^1 là H, nhóm alkyl, nhóm aryl hoặc nhóm aralkyl; Y là nhóm hữu cơ hóa trị hai; R là nhóm alkyl hoặc nhóm phenyl; X là nhóm hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân được; và n là 1-3. Trong công thức (2), Rf là nhóm perflualkylen hoặc nhóm perflopolyete hóa trị hai.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm phủ có khả năng hiển thị dấu tay thấp rất tốt, chất xử lý bề mặt chứa chế phẩm này, và vật phẩm được xử lý bề mặt bằng chất xử lý bề mặt này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Gần đây, có nhu cầu gia tăng trong việc lắp bảng cảm ứng lên điện thoại di động và các màn hình khác. Do thao tác bằng cách chạm bằng ngón tay, dấu tay và vết bẩn đọng lại trên bảng cảm ứng, làm cho bảng cảm ứng nhìn có vẻ bẩn hoặc không rõ. Có nhu cầu ngày càng tăng hàng năm trong công nghệ nhằm hạn chế dấu tay đọng lại trên bề mặt màn hình hoặc làm cho dấu tay không rõ để vệ bề ngoài hoặc khả năng hiển thị tốt hơn. Do đó, mong muốn có vật liệu có khả năng đáp ứng các yêu cầu này.

Nói chung, đã biết các chất ngẫu hợp silan là chất cải biến bề mặt cho các nền thủy tinh và vải. Chúng được sử dụng rộng rãi làm chất phủ bề mặt cho nhiều loại nền. Các chất ngẫu hợp silan chứa nhóm chức hữu cơ và nhóm silyl phản ứng (điển hình là silyl có thể thủy phân được như alkoxysilyl) trong phân tử. Với sự có mặt của hơi ẩm trong không khí hoặc các yếu tố tương tự, các nhóm silyl có thể thủy phân này trải qua phản ứng tự ngưng tụ để tạo ra lớp phủ. Do các nhóm silyl có thể thủy phân được này tạo ra các liên kết hóa học và vật lý với bề mặt làm bằng thủy tinh hoặc kim loại, lớp phủ này trở thành lớp phủ cảm ứng có độ bền.

Tài liệu sáng chế từ 1 đến 6 (JP-A 2008-534696, JP-A 2008-537557, JP-A 2012-072272, JP-A 2012-157856, JP-A 2013-136833, JP-A 2015-199906) bộc lộ nhiều chế phẩm chứa polyme chứa flopolyete thu được bằng

cách đưa nhóm silyl có thể thủy phân được vào hợp chất chứa flopolyete, chế phẩm này có thể tạo ra lớp phủ có tính chống thấm nước/dầu, chống bẩn và các đặc tính khác trên bề mặt của nền.

Mặc dù lớp phủ thông thường được tạo ra bằng cách sử dụng polyme chứa flopolyete là chất chống thấm dầu/nước và dễ dàng lau sạch vết bẩn, nhưng có một vấn đề là bề mặt lớp phủ đầy bã nhờn trong dầu tay tạo thành các giọt siêu nhỏ, gây tán xạ ánh khiến cho dầu tay dễ nhìn thấy.

Ngoài ra, Tài liệu sáng chế 7 (JP-A 2001-353808) bộc lộ chế phẩm chứa hợp chất silan thu được bằng cách đưa nhóm silyl có thể thủy phân được vào hợp chất ưa béo, chế phẩm này dính chặt vào bề mặt của nền và tạo ra lớp phủ ưa béo trên đó.

Tuy nhiên, lớp phủ chứa hợp chất silan được mô tả trong Tài liệu sáng chế 7 không thực sự có khả năng hiển thị dầu tay thấp vì phải mất vài ngày cho đến khi dầu tay hầu như không nhìn thấy.

Tài liệu của giải pháp kỹ thuật có liên quan

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-A 2008-534696

Tài liệu sáng chế 2: JP-A 2008-537557

Tài liệu sáng chế 3: JP-A 2012-072272

Tài liệu sáng chế 4: JP-A 2012-157856

Tài liệu sáng chế 5: JP-A 2013-136833

Tài liệu sáng chế 6: JP-A 2015-199906

Tài liệu sáng chế 7: JP-A 2001-353808

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

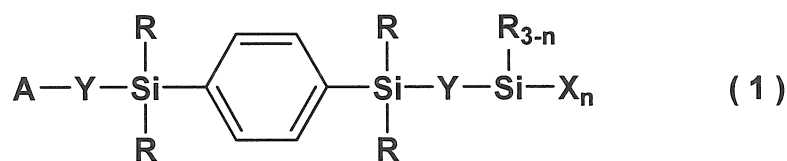
Một mục đích của sáng chế, đã được thực hiện trong các trường hợp nêu trên, là đề xuất chế phẩm phủ chứa chủ yếu hợp chất silan có nhóm silyl

có thể thủy phân được được đưa vào đó và có khả năng hiển thị dấu tay thấp rất tốt, chất xử lý bề mặt chứa chế phẩm này, và vật phẩm được xử lý bề mặt bằng chất xử lý bề mặt này.

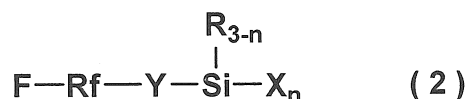
Tiến hành các nghiên cứu sâu rộng để đạt được mục đích nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng chế phẩm phủ chứa (A) một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ các hợp chất trong số hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất siloxan chứa hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân được và nhóm ưa béo, được đại diện bằng công thức chung (1) dưới đây và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng và (B) một hoặc nhiều hợp chất được chọn trong số các hợp chất silan hoặc hợp chất siloxan chứa hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân được và nhóm hữu cơ đã được flo hóa, được đại diện bằng công thức chung (2) dưới đây và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng với tỷ lệ khối lượng (A):(B) nằm trong khoảng từ 50:50 đến 90:10 có thể tạo ra màng đã được hóa rắn có khả năng hiển thị dấu tay thấp rất tốt. Sáng chế được tạo ra dựa trên phát hiện này.

Theo đó, sáng chế đề xuất chế phẩm phủ, chất xử lý bề mặt, và vật phẩm, như được xác định dưới đây.

1. Chế phẩm phủ chứa (A) một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ các hợp chất trong số hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất siloxan có công thức chung (1) và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng và (B) một hoặc nhiều hợp chất được chọn trong số các hợp chất silan hoặc hợp chất siloxan có công thức chung (2) và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng với tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 50:50 đến 90:10, tổng của các thành phần (A) và (B) là 100,



trong đó A là $-C(=O)OR^1$, $-C(=O)NR^1_2$, $-C(=O)SR^1$ hoặc $-P(=O)(OR^1)_2$, R^1 là hydro, nhóm C_1-C_{30} alkyl, nhóm C_6-C_{30} aryl hoặc nhóm C_7-C_{30} aralkyl, Y độc lập là nhóm hữu cơ hóa trị hai có thể chứa gốc polysiloxan hữu cơ, R độc lập là nhóm C_1-C_4 alkyl hoặc nhóm phenyl, X độc lập là nhóm hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân được, và n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3,

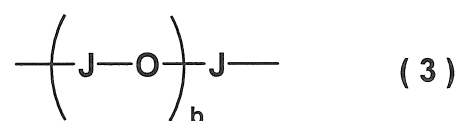


trong đó R_f là nhóm perfloalkylen hoặc nhóm perflopolyete hóa trị hai, Y, R, X và n là như được xác định trên đây.

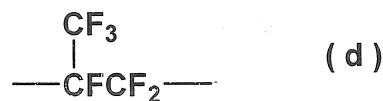
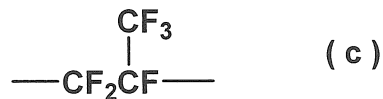
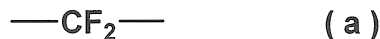
2. Chế phẩm phủ theo mục 1, trong đó trong các công thức (1) và (2), Y độc lập là nhóm C_2-C_{30} alkylen có thể chứa nhóm hóa trị hai được chọn từ các nhóm trong số $-O-$, $-S-$, $-NR-$, $-C(=O)-$, $-C(=O)O-$, $-C(=O)NR-$, $-OC(=O)NR-$, nhóm silalkylen, nhóm silarylen, và các gốc polysiloxan hữu cơ hóa trị hai mạch thẳng, mạch nhánh hoặc mạch vòng có 2 đến 10 nguyên tử silic, trong đó R là C_1-C_4 alkyl hoặc phenyl, và có thể chứa nhóm C_6-C_{20} arylen.

3. Chế phẩm phủ theo mục 1 hoặc 2, trong đó trong các công thức (1) và (2), X độc lập được chọn từ nhóm bao gồm hydroxyl, C_1-C_{10} alkoxy, alkoxy được thế C_2-C_{10} alkoxy, C_1-C_{10} axyloxy, C_2-C_{10} alkenyloxy, halogen, oxim, isoxyanat, và xyanat.

4. Chế phẩm phủ theo mục bất kỳ trong số các mục từ 1 đến 3, trong đó trong công thức (2), R_f là nhóm C_3-C_{12} perfloalkylen hoặc nhóm perflopolyete hóa trị hai có công thức (3):



trong đó J là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm perfloalkylen có các công thức cấu trúc (a) đến (e):



và tất cả J có thể có cùng cấu trúc hoặc cấu trúc số nhiều có thể được sắp xếp một cách ngẫu nhiên hoặc theo khối, và b chỉ ra số lượng đơn vị lặp lại nằm trong khoảng từ 3 đến 5.

5. Chất xử lý bề mặt chứa chế phẩm phủ theo mục bất kỳ trong số các mục từ 1 đến 4.

6. Chất xử lý bề mặt theo mục 5, trong đó chất xử lý bề mặt này còn chứa dung môi.

7. Chất xử lý bề mặt theo mục 5 hoặc 6, trong đó chất xử lý bề mặt này còn chứa chất xúc tác ngưng tụ thủy phân.

8. Chất xử lý bề mặt này theo mục bất kỳ trong số các mục từ 5 đến 7, trong đó chất xử lý bề mặt này hóa rắn thành màng có góc tiếp xúc với axit oleic lên đến 30° ở 25°C và độ ẩm tương đối 40%.

9. Chất xử lý bề mặt này theo mục bất kỳ trong số các mục 5 đến 8, trong đó chất xử lý bề mặt này hóa rắn thành màng có độ đục lên đến 10 khi bã nhờn đọng trên màng đã được hóa rắn dưới tải trọng 1 kg.

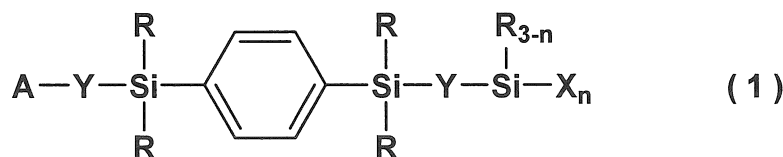
10. Vật phẩm có trên bề mặt của nó màng đã được hóa rắn chứa chất xử lý bề mặt theo mục bất kỳ trong số các mục từ 5 đến 9.

Chế phẩm phủ theo sáng chế cấu thành bởi hỗn hợp của phân tử ưa béo và phân tử chống thấm dầu ở trạng thái cân bằng tốt và có ưu điểm là ít dầu tay nằm lại trên lớp phủ, và nếu dầu tay bất kỳ nằm lại trên lớp phủ, lớp phủ này sẽ thấm ướt và dàn trải bã nhờn trong dầu tay này lên toàn bộ nền. Vật phẩm đã được xử lý bề mặt bằng chất xử lý bề mặt chứa chế phẩm phủ có khả năng hiển thị dầu tay thấp rất tốt.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm phủ chứa một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ các hợp chất trong số hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất siloxan chứa nhóm hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân được và nhóm ưa béo và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng, sau đây được gọi là thành phần (A), và một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ các hợp chất trong số hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất siloxan chứa nhóm hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân được và nhóm hữu cơ đã được flo hóa (cụ thể là nhóm perfloalkyl hoặc nhóm perflopolyete có hóa trị một) và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng, sau đây được gọi là thành phần (B), với tỷ lệ khối lượng (A):(B) nằm trong khoảng từ 50:50 đến 90:10.

Thành phần (A) được chọn từ các thành phần trong số hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất siloxan có công thức chung (1) dưới đây và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng. Nó có thể là một hợp chất hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất.



Trong bản mô tả này, "A" là $-\text{C}(=\text{O})\text{OR}^1$, $-\text{C}(=\text{O})\text{NR}^1_2$, $-\text{C}(=\text{O})\text{SR}^1$, hoặc $-\text{P}(=\text{O})(\text{OR}^1)_2$, R^1 là hydro, nhóm C_1 - C_{30} alkyl, nhóm C_6 - C_{30} aryl hoặc nhóm

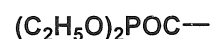
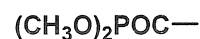
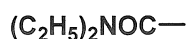
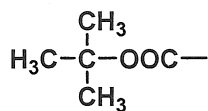
C_7-C_{30} aralkyl, Y độc lập là nhóm hữu cơ hóa trị hai có thể chứa gốc polysiloxan hữu cơ, R độc lập là nhóm C_1-C_4 alkyl hoặc nhóm phenyl, X độc lập là nhóm hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân được, và n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

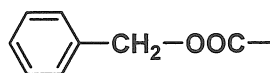
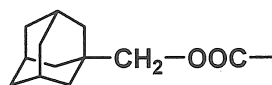
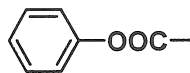
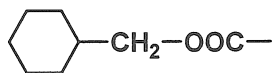
Trong công thức (1), "A" là carboxylat hoặc axit carboxylic có công thức: $-C(=O)OR^1$, amit có công thức: $-C(=O)NR^1_2$, thio-este hoặc thio-axit có công thức: $-C(=O)SR^1$, hoặc phosphonat hoặc axit phosphonic có công thức: $-P(=O)(OR^1)_2$.

Trong bản mô tả này, R^1 là hydro, nhóm C_1-C_{30} alkyl, nhóm C_6-C_{30} aryl hoặc nhóm C_7-C_{30} aralkyl. Nhóm alkyl có thể là mạch thẳng, mạch nhánh hoặc mạch vòng, hoặc hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ về R^1 bao gồm hydro, nhóm alkyl như metyl, etyl, propyl, butyl, pentyl, hexyl, heptyl, octyl, nonyl, dexyl, dodexyl, tetradexyl, hexadexyl, octadexyl, isopropyl, isobutyl, tert-butyl, neopentyl, thexyl, xyclopentyl, xyclohexyl, xycloheptyl, xyclohexylmetyl, norbornyl, decahydronaphetyl, adamantyl, và adamantylmetyl; nhóm aryl như phenyl, tolyl, và naphtyl; và nhóm aralkyl như benzyl, phenyletyl, và phenylpropyl. Tốt hơn, nếu R^1 là metyl, etyl, butyl, xyclohexylmetyl hoặc benzyl.

Các ví dụ về "A" được thể hiện dưới đây.





Trong công thức (1), X có thể khác nhau là hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân được. Các ví dụ về X bao gồm hydroxyl, nhóm C₁-C₁₀ alkoxy như metoxy, etoxy, propoxy, isopropoxy, và butoxy, nhóm alkoxy được thế C₂-C₁₀ alkoxy như metoxymetoxy và metoxyetoxy, nhóm C₁-C₁₀ axyloxy như axetoxyl, nhóm C₂-C₁₀ alkenyloxy như isopropenoxy, các nguyên tử halogen như flo, clo, brom và iot, oxim, isoxyanat, và xyanat. Cùng với các nhóm khác, metoxy, etoxy, isopropenoxy và clo được ưu tiên.

Trong công thức (1), R là nhóm C₁-C₄ alkyl như metyl, etyl, propyl, isopropyl, butyl, isobutyl, sec-butyl, hoặc tert-butyl, hoặc phenyl, với metyl được ưu tiên. Chỉ số dưới n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, tốt hơn là 2 hoặc 3, tốt nhất là 3 xét từ tính phản ứng và độ bám dính nền.

Trong công thức (1), Y là nhóm hữu cơ hóa trị hai có thể chứa gốc polysiloxan hữu cơ. Tốt hơn, nếu Y là C₂-C₃₀, cụ thể là nhóm C₂-C₂₀ alkylen có thể chứa nhóm hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm -O-, -S-, -NR-, -C(=O)-, -C(=O)O-, -C(=O)NR-, -OC(=O)NR-, nhóm silalkylen, nhóm silarylen, và các gốc polysiloxan hữu cơ hóa trị hai mạch thẳng, mạch nhánh hoặc mạch vòng có 2 đến 10 nguyên tử silic, trong đó R là như được xác định trên đây, và có thể chứa nhóm C₆-C₂₀ arylen. Tốt hơn nữa, nếu Y là nhóm hóa trị hai có công thức (4).

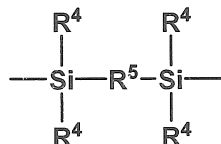


Trong công thức (4), R³ độc lập là nhóm hydrocacbon hóa trị hai. Các ví dụ bao gồm nhóm C₁-C₃₀ alkylen như metylen, etylen, propylen, butylen

và hexametylen, và nhóm C₇-C₃₀ alkylen chứa nhóm C₆-C₂₀ arylen như phenylen, với nhóm C₁-C₂₀ alkylen được ưu tiên.

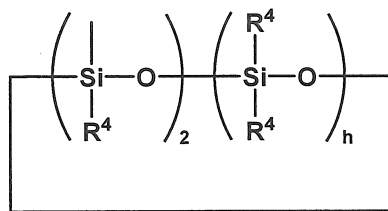
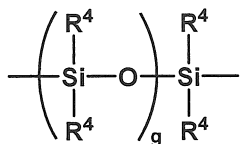
Trong công thức (4), Z là liên kết đơn, hoặc nhóm hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm -O-, -S-, -NR-, -C(=O)-, -C(=O)O-, -C(=O)NR-, -OC(=O)NR-, nhóm silalkylen, nhóm silarylen, và các gốc polysiloxan hữu cơ hóa trị hai mạch thẳng, mạch nhánh hoặc mạch vòng có 2 đến 10 nguyên tử silic, tốt hơn là 2 đến 5 nguyên tử silic, trong đó R là như được xác định trên đây.

Các ví dụ về nhóm silalkylen và silarylen được thể hiện bằng công thức sau.



Trong bản mô tả này, R⁴ có thể là giống nhau hoặc khác nhau là nhóm C₁-C₄ alkyl như metyl, etyl, propyl hoặc butyl, hoặc nhóm C₆-C₁₀ aryl như phenyl. R⁵ là nhóm C₁-C₄ alkylen như metylen, etylen, hoặc propylen (trimetylen hoặc metyletylen) hoặc nhóm C₆-C₁₀ arylen như phenylen.

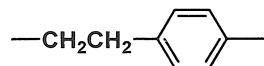
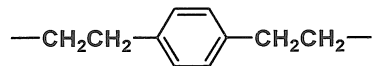
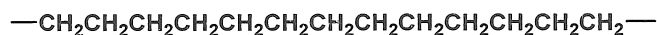
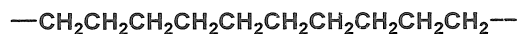
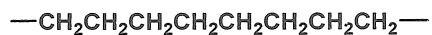
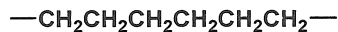
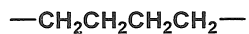
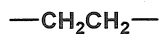
Các ví dụ về gốc polysiloxan hữu cơ hóa trị hai, mạch thẳng, mạch nhánh hoặc mạch vòng có 2 đến 10 nguyên tử silic, tốt hơn là 2 đến 5 nguyên tử silic được thể hiện bằng các công thức sau.

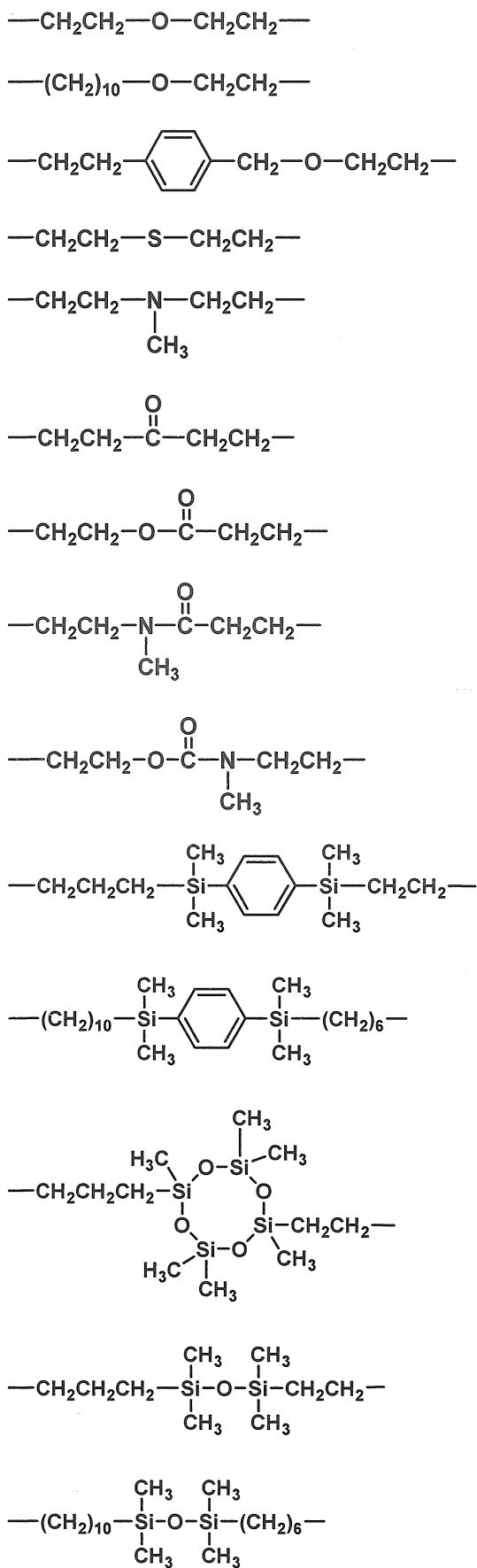


Trong bản mô tả này, R^4 là như được xác định trên đây, g là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 9, tốt hơn là 1 đến 4, và h là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 8, tốt hơn là 1 đến 3.

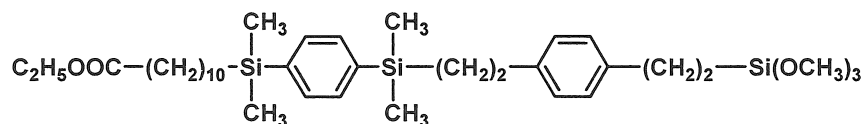
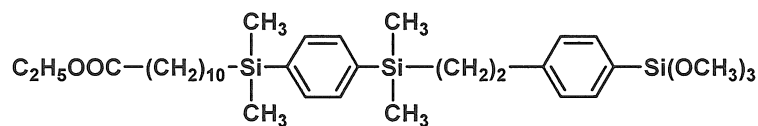
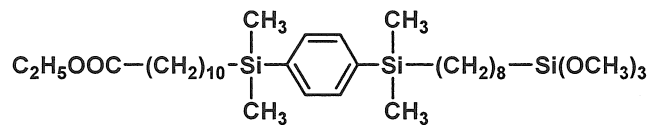
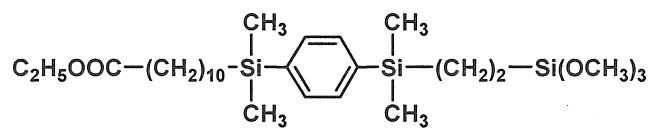
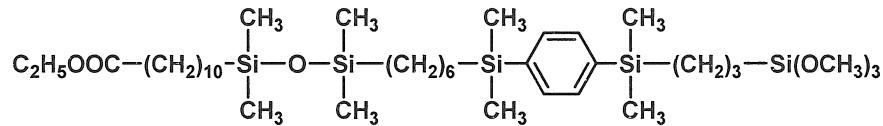
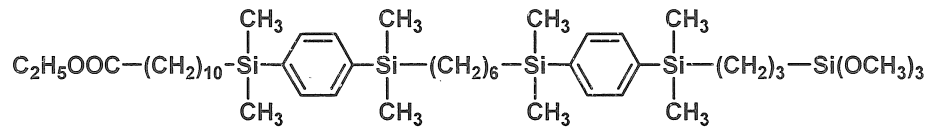
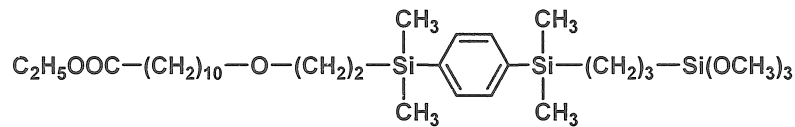
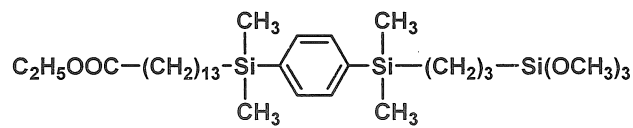
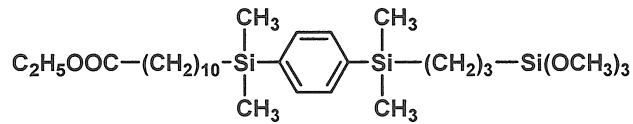
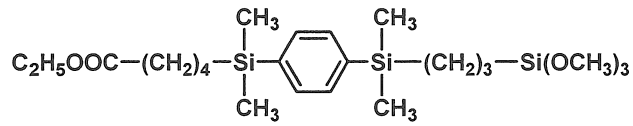
Trong công thức (4), “a” bằng 0 hoặc 1.

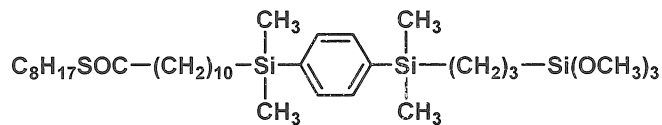
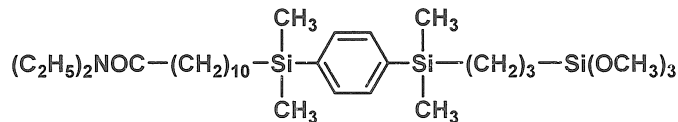
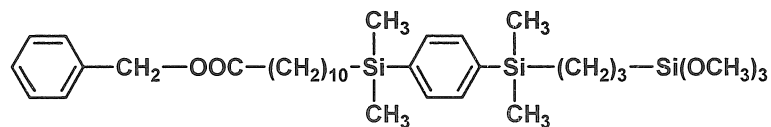
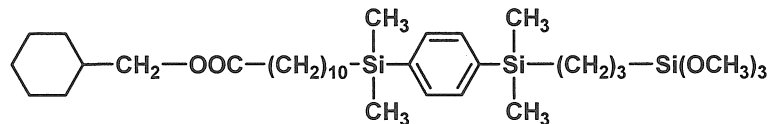
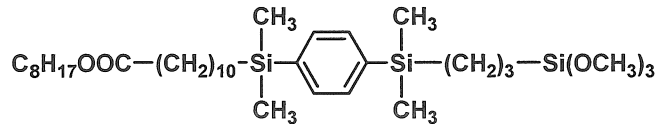
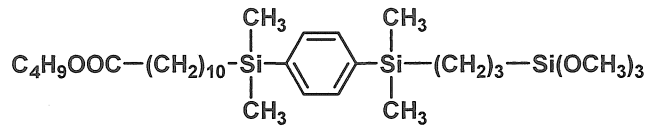
Ví dụ về Y là các nhóm sau.



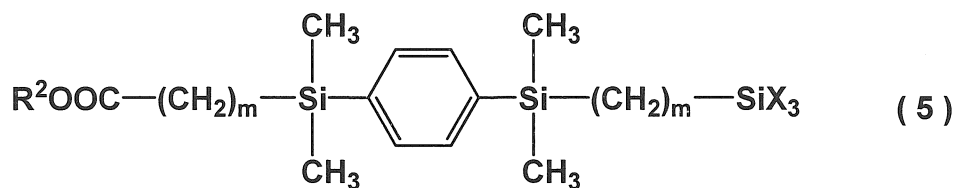


Ví dụ về hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (1) là các hợp chất có các công thức sau.





Trong số các hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất siloxan làm thành phần (A), hợp chất silan hữu cơ chứa nhóm ưa béo có công thức chung (5) được ưu tiên hơn.



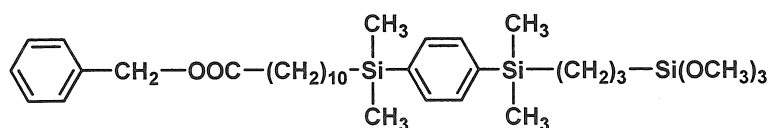
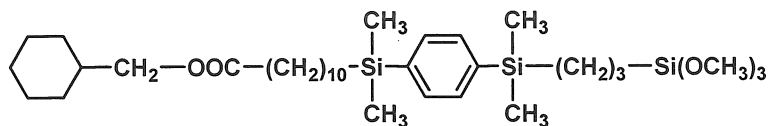
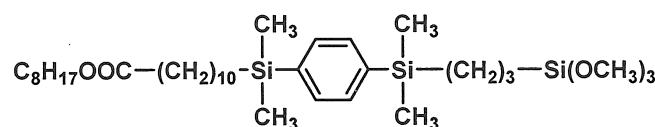
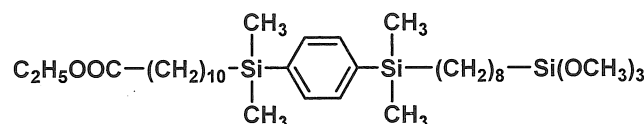
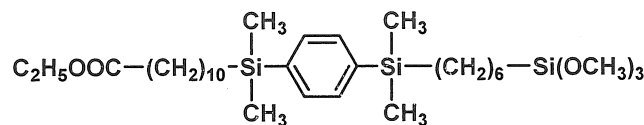
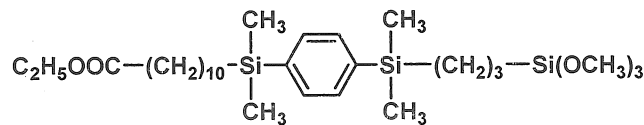
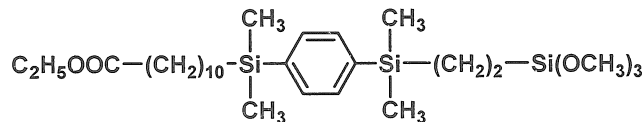
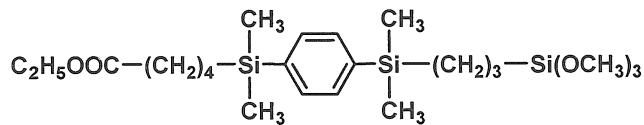
Trong bản mô tả này, R^2 là nhóm $\text{C}_1\text{-C}_{20}$ alkyl, nhóm $\text{C}_6\text{-C}_{20}$ aryl hoặc nhóm $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ aralkyl, mỗi m độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 20, tốt hơn là 3 đến 10, và X là như được xác định trên đây.

Trong công thức (2), R^2 là nhóm $\text{C}_1\text{-C}_{20}$ alkyl, nhóm $\text{C}_6\text{-C}_{20}$ aryl hoặc nhóm $\text{C}_7\text{-C}_{20}$ aralkyl.

Các ví dụ về R^2 bao gồm nhóm alkyl như metyl, etyl, propyl, butyl, pentyl, hexyl, heptyl, octyl, nonyl, dexyl, dodexyl, tetradexyl, hexadexyl,

octadexyl, isopropyl, isobutyl, tert-butyl, neopentyl, hexyl, cyclopentyl, cyclohexyl, cycloheptyl, cyclohexylmethyl, norbornyl, decahydronaphthyl, adamantyl, và adamantylmethyl; nhóm aryl như phenyl, tolyl, và naphthyl; và nhóm aralkyl như benzyl, phenyletyl, và phenylpropyl. Tốt hơn, nếu R² là etyl, octyl, cyclohexylmethyl hoặc benzyl.

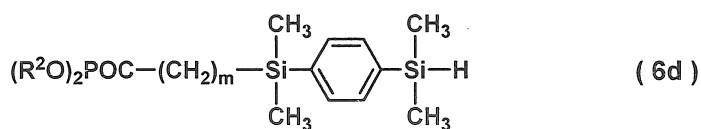
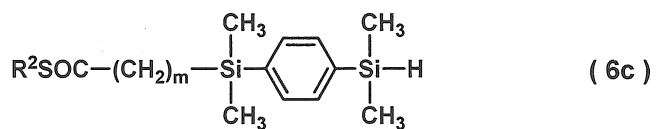
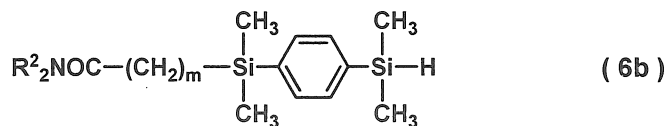
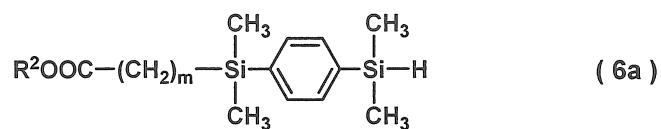
Ví dụ về hợp chất silan hữu cơ chứa nhóm ưa béo có công thức (5) là các hợp chất có các công thức sau.



Hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (1) có thể được điều chế bằng phương pháp của Đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 2017-206986. Phương pháp sau là ví dụ về phương pháp điều chế hợp chất silan hữu cơ có công thức (1) trong đó mỗi Y độc lập là nhóm C₂-C₃₀ alkylen và R là metyl.

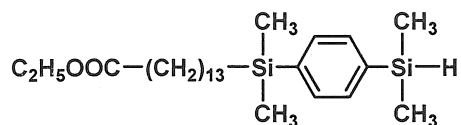
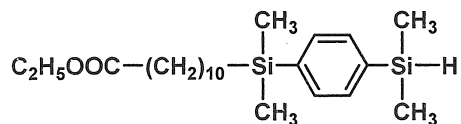
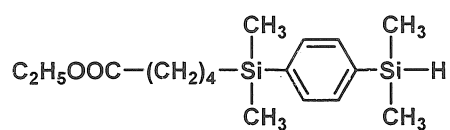
Hợp chất silan có “A” trong công thức (1) và vị trí phenyldimetylsilyl ở các đầu của mạch phân tử (ví dụ, dimetylsilan có “A” trong công thức (1) và dimethylhydrosilylphenyl làm các phần tử thế đã được liên kết silic) được làm nóng và khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt nhất là khoảng 80°C, mà sau đó chất xúc tác hydrosilyl hóa, ví dụ, dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan được bổ sung. Tiếp theo, hợp chất có nhóm silyl có thể thủy phân được và vị trí olefin (ví dụ, nhóm alkenyl) ở các đầu của mạch phân tử được bổ sung nhỏ giọt. Hỗn hợp phản ứng sau đó được hóa già ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt nhất là khoảng 80°C, trong 10 phút đến 12 giờ, tốt hơn là 1 đến 6 giờ. Hỗn hợp phản ứng có thể được pha loãng bằng dung môi hữu cơ trước phản ứng.

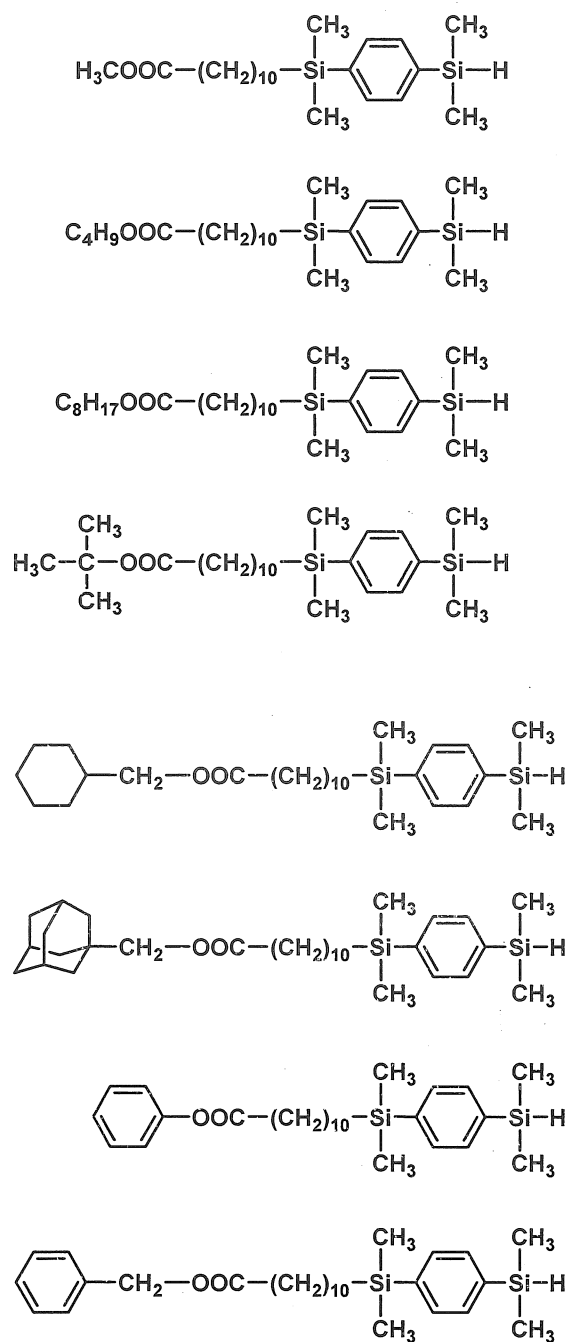
Các ví dụ về hợp chất silan có “A” trong công thức (1) và vị trí phenyldimetylsilyl ở các đầu của mạch phân tử bao gồm hợp chất silan có các công thức chung (6a), (6b), (6c), và (6d).



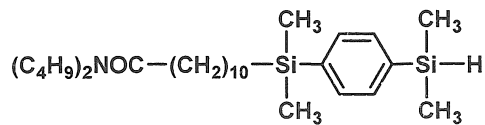
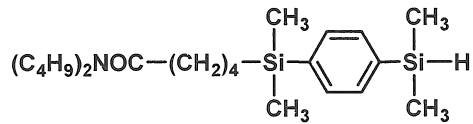
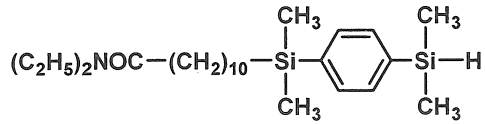
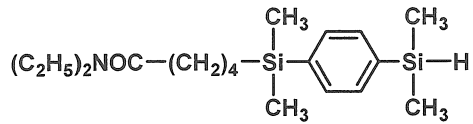
Trong bản mô tả này, R^2 và m là như được xác định trên đây.

Các ví dụ về hợp chất silan có công thức (6a) được thể hiện dưới đây.

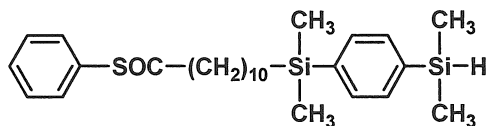
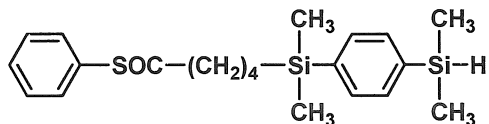
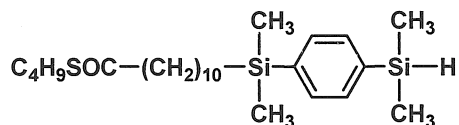
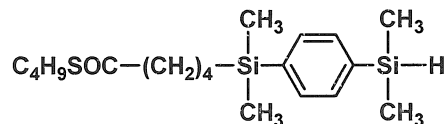
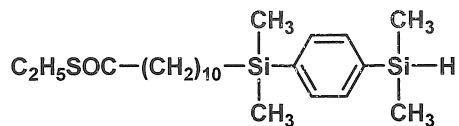
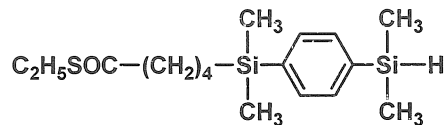




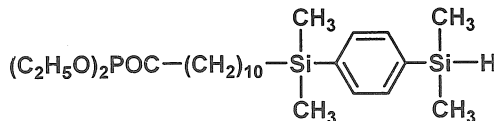
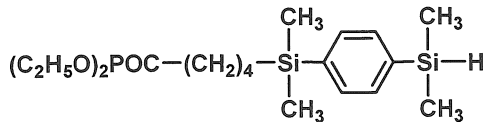
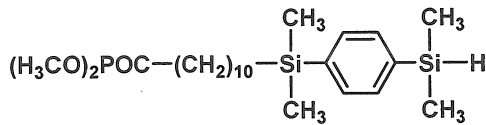
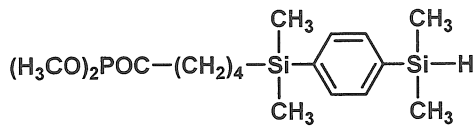
Các ví dụ về hợp chất silan có công thức (6b) được thể hiện dưới đây.



Các ví dụ về hợp chất silan có công thức (6c) được thể hiện dưới đây.

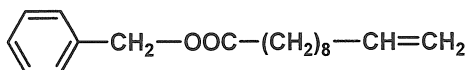
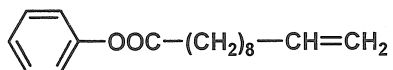
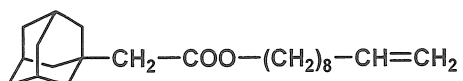
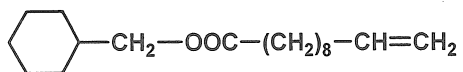
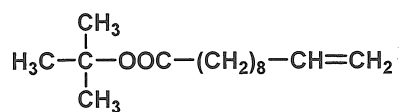
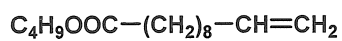
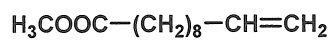
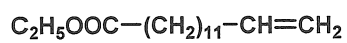
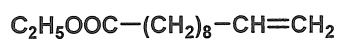
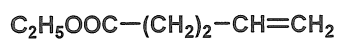


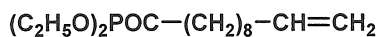
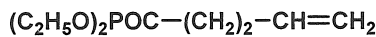
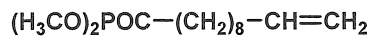
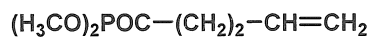
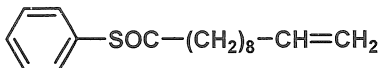
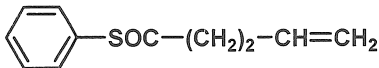
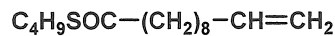
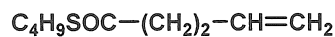
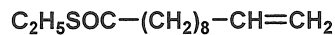
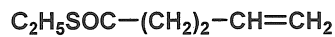
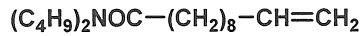
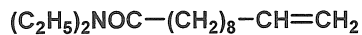
Các ví dụ về hợp chất silan có công thức (6d) được thể hiện dưới đây.



Hợp chất silan có công thức (6a), (6b), (6c) hoặc (6d) được điều chế, ví dụ, bằng cách làm nóng và khuấy 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt nhất là khoảng 80°C, và bổ sung chất xúc tác hydrosilyl hóa, ví dụ, dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan. Tiếp theo, hợp chất có "A" trong công thức (1) và vị trí olefin (ví dụ, nhóm alkenyl) ở các đầu của mạch phân tử được bổ sung từ từ nhỏ giọt theo thời gian. Sau đó, hỗn hợp phản ứng được hóa già ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt nhất là khoảng 80°C, trong 10 phút đến 12 giờ, tốt hơn là 1 đến 6 giờ. Hỗn hợp phản ứng có thể được pha loãng bằng dung môi hữu cơ trước phản ứng.

Các ví dụ về hợp chất có "A" trong công thức (1) và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử được thể hiện dưới đây.





Hợp chất có “A” trong công thức (1) và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử tốt hơn là được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5 đương lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,4 đương lượng cho mỗi đương lượng của 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen.

Các ví dụ về chất xúc tác hydrosilyl hóa được sử dụng để điều chế trong số các hợp chất silan có công thức (6a), (6b), (6c) hoặc (6d) bao gồm chất xúc tác trên cơ sở kim loại nhóm platin như muối platin, axit cloplatinic, axit cloplatinic đã được cải biến rượu, phức hợp của axit cloplatinic với olefin, aldehyt, vinylsiloxan, hoặc rượu axetylen, tetrakis(triphenylphosphin)paladi, và clotris(triphenylphosphin)rodi. Cùng

với các nhóm khác, hợp chất trên cơ sở platin như hợp chất kết hợp vinylsiloxan được ưu tiên.

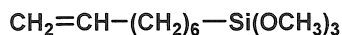
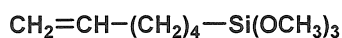
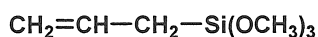
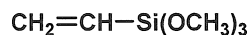
Tốt hơn là, chất xúc tác hydrosilyl hóa được sử dụng với lượng như vậy để thu được trong khoảng từ 0,1 đến 100 ppm, tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,5 đến 50 ppm kim loại chuyển tiếp trên cơ sở tổng khối lượng của 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen và hợp chất có "A" trong công thức (1) và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử.

Trong điều chế các hợp chất silan có công thức (6a), (6b), (6c) hoặc (6d), dung môi hữu cơ có thể được sử dụng. Dung môi hữu cơ thích hợp bao gồm dung môi ete như dibutyl ete, dietyl ete và tetrahydrofuran, và dung môi hydrocacbon như benzin dầu mỏ, toluen và xylen. Trong số các hợp chất này, toluen được ưu tiên nhất.

Dung môi có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 300 phần khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 150 phần khối lượng, tốt nhất là khoảng 100 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của hợp chất có "A" trong công thức (1) và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử.

Thông qua các bước tiếp theo là dừng phản ứng và chưng cất dung môi, thu được hợp chất silan có công thức (6a), (6b), (6c) hoặc (6d).

Dưới đây là thể hiện các ví dụ về hợp chất có nhóm silyl có thể thủy phân được và vị trí olefin (ví dụ, nhóm alkenyl) ở các đầu của mạch phân tử, mà được sử dụng để điều chế hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (1).



Hợp chất có nhóm silyl có thể thủy phân được và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử tốt hơn là được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 5 đương lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,5 đương lượng cho mỗi đương lượng trong số các hợp chất silan có "A" trong công thức (1) và vị trí phenyldimetylsilyl ở các đầu của mạch phân tử.

Các ví dụ về chất xúc tác hydrosilyl hóa được sử dụng để điều chế hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (1) bao gồm chất xúc tác trên cơ sở kim loại nhóm platin như muối platin, axit cloplatinic, axit cloplatinic đã được cải biến rượu, phức hợp của axit cloplatinic với olefin, aldehyt, vinylsiloxan, hoặc rượu axetylen, tetrakis(triphenylphosphin)paladi, và clotris(triphenylphosphin)rodi. Cùng với các nhóm khác, hợp chất trên cơ sở platin như hợp chất kết hợp vinylsiloxan được ưu tiên.

Tốt hơn là, chất xúc tác hydrosilyl hóa được sử dụng với lượng như vậy để thu được trong khoảng từ 0,1 đến 100 ppm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 50 ppm kim loại chuyển tiếp trên cơ sở tổng khối lượng các hợp chất silan có vị trí chứa "A" và vị trí phenyldimetylsilyl ở các đầu của mạch phân tử và hợp chất có nhóm silyl có thể thủy phân được và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử.

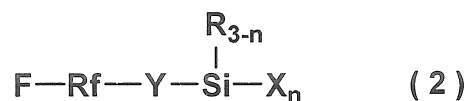
Trong điều chế hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (1), dung môi hữu cơ có thể được sử dụng. Dung môi hữu cơ thích hợp bao gồm dung môi ete như dibutyl ete, dietyl ete và tetrahydrofuran, và dung môi hydrocacbon như benzin dầu mỏ, toluen và xylen. Trong số các hợp chất này, toluen được ưu tiên nhất.

Dung môi có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 300 phần khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 150 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của hợp chất có vị trí este và vị trí phenyldimetylsilyl ở các đầu của mạch phân tử.

Thông qua các bước tiếp theo là dùng phản ứng và chung cất dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng, thu được hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (1).

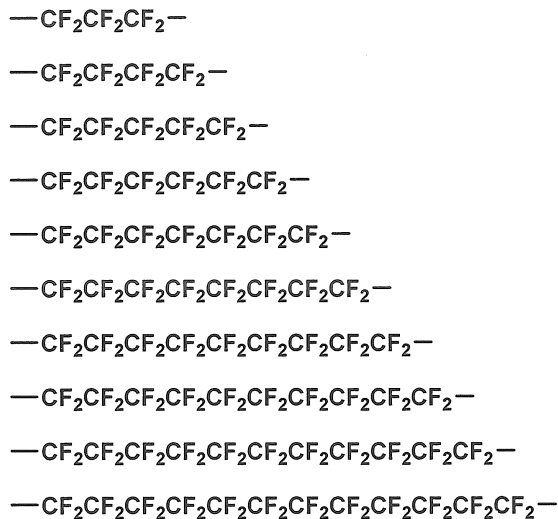
Thành phần (A) có thể chứa sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần thu được từ quá trình ngưng tụ nhóm hydroxyl trên hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (1), hoặc nhóm hydroxyl thu được từ quá trình thủy phân một phần nhóm có thể thủy phân được kết thúc trên hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan bằng phương pháp đã biết.

Thành phần (B) được chọn từ các thành phần trong số hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất siloxan có công thức chung (2) và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng. Nó có thể là một hợp chất hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất.

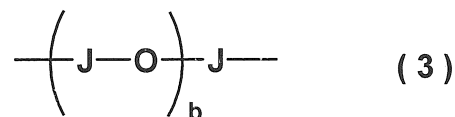


Trong bản mô tả này, Rf là nhóm perfloalkylen hoặc nhóm perflopolyete hóa trị hai, Y, R, X và n là như được xác định trên đây.

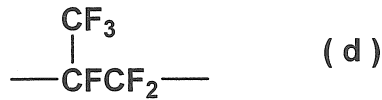
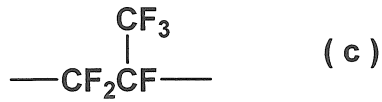
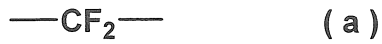
Trong công thức (2), Rf là nhóm perfloalkylen hoặc nhóm perflopolyete hóa trị hai. Nhóm perfloalkylen thích hợp bao gồm nhóm perfloalkylen có 3 đến 12 nguyên tử cacbon, với các nhóm cụ thể được thể hiện dưới đây.



Nhóm perflopolyete hóa trị hai thích hợp bao gồm các nhóm chứa cấu trúc có C₁-C₃ nhóm perfloalkylen và nguyên tử oxy được liên kết xen kẽ (cấu trúc gồm các đơn vị perflooxyalkylen lặp lại của một hoặc nhiều dạng). Nhóm C₁-C₃ perfloalkylen có thể là một dạng hoặc hỗn hợp của nhiều dạng. Nhóm perflopolyete hóa trị hai điển hình được đại diện bằng công thức chung (3).

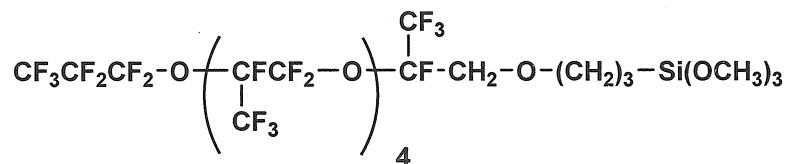
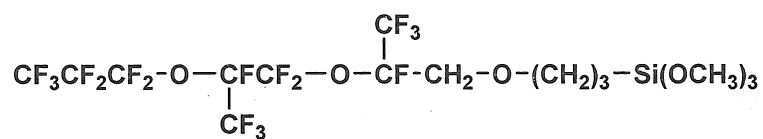
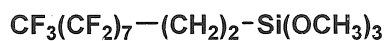
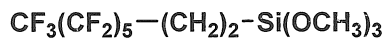
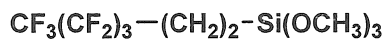


Trong bản mô tả này, J là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm perfloalkylen có các công thức cấu trúc (a) đến (e):



và tất cả các J trong công thức (3) có thể có cùng cấu trúc, hoặc cấu trúc -J-O- của nhiều dạng có thể được sắp xếp một cách ngẫu nhiên hoặc dạng khối, và b chỉ ra số lượng đơn vị lặp lại nằm trong khoảng từ 3 đến 6.

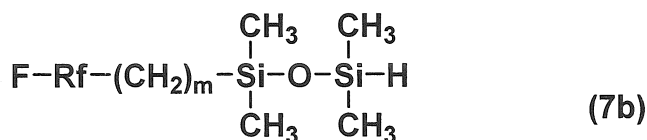
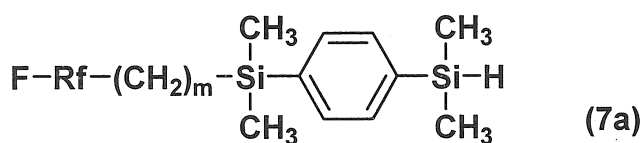
Các ví dụ về hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (2) được thể hiện bằng các công thức sau.



Phương pháp sau là ví dụ về phương pháp điều chế hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (2), cụ thể là hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (2) trong đó Y chứa nhóm C₂-C₂₀ alkylen, nhóm silalkylen hoặc nhóm silarylen.

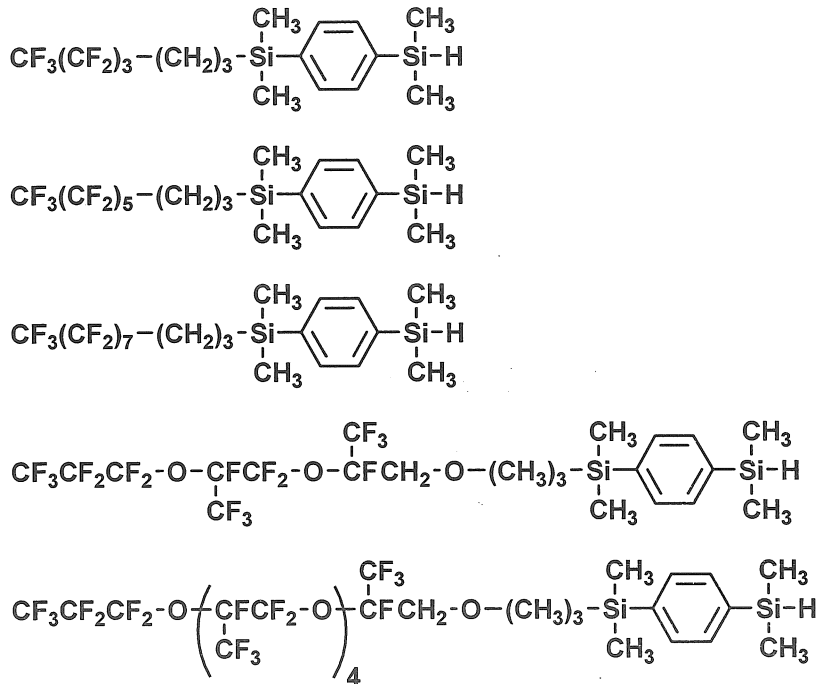
Hợp chất mong muốn được điều chế bằng cách làm nóng và khuấy silan hoặc hợp chất siloxan có vị trí F-Rf trong công thức (2) và vị trí dimetylsilyl ở các đầu của mạch phân tử ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt nhất là khoảng 80°C và bổ sung chất xúc tác hydrosilyl hóa, ví dụ, dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan. Tiếp theo, hợp chất có nhóm silyl có thể thủy phân được và vị trí olefin (ví dụ, nhóm alkenyl) ở các đầu của mạch phân tử được bổ sung nhỏ giọt. Sau đó, hỗn hợp phản ứng được hóa già ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt nhất là khoảng 80°C, trong 10 phút đến 12 giờ, tốt hơn là 1 đến 6 giờ. Hỗn hợp phản ứng có thể được pha loãng bằng dung môi hữu cơ trước phản ứng.

Các ví dụ về silan hoặc hợp chất siloxan có vị trí F-Rf trong công thức (2) và vị trí dimetylsilyl ở các đầu của mạch phân tử bao gồm hợp chất silan hoặc hợp chất siloxan có công thức chung (7a) hoặc (7b).

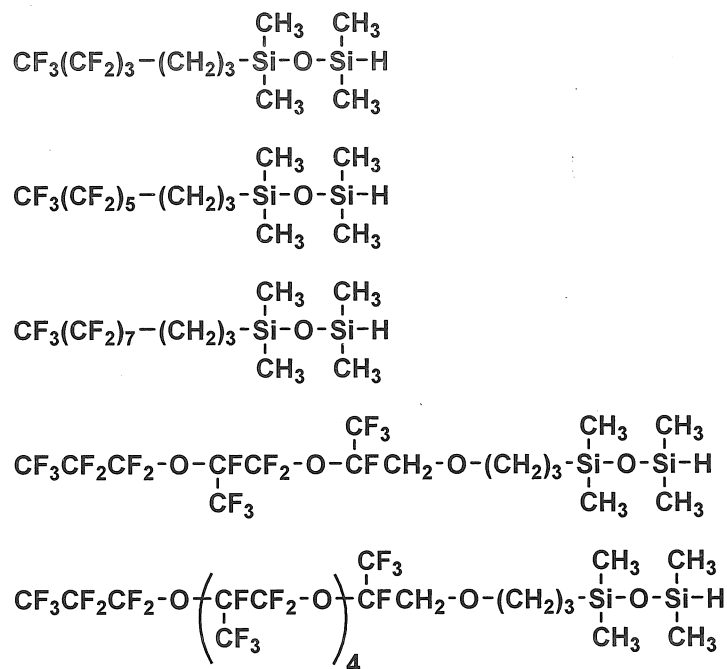


Trong bản mô tả này, m là như được xác định trên đây.

Các ví dụ về hợp chất silan có công thức (7a) được thể hiện dưới đây.



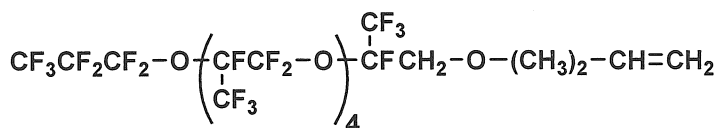
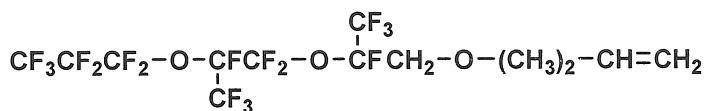
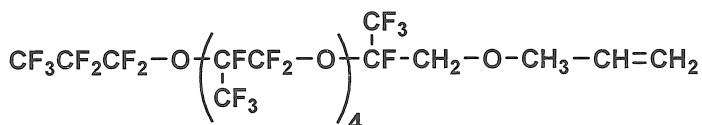
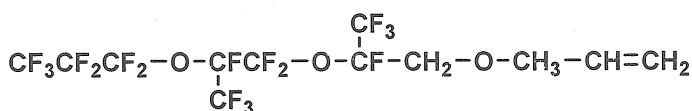
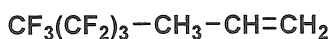
Các ví dụ về hợp chất siloxan có công thức (7b) được thể hiện dưới đây.



Hợp chất silan hoặc hợp chất siloxan có công thức (7a) hoặc (7b) được điều chế bằng cách làm nóng và khuấy 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen hoặc bis(dimetylsilyl) ete ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C và bổ sung chất xúc tác hydrosilyl hóa,

ví dụ, dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan. Tiếp theo, hợp chất có vị trí F-Rf trong công thức (2) và vị trí olefin (ví dụ, nhóm alkenyl) ở các đầu của mạch phân tử được bổ sung từ từ nhỏ giọt theo thời gian. Sau đó, hỗn hợp phản ứng được hóa già ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, trong 10 phút đến 12 giờ, tốt hơn là 1 đến 6 giờ. Hỗn hợp phản ứng có thể được pha loãng bằng dung môi hữu cơ trước phản ứng.

Các ví dụ về hợp chất có vị trí F-Rf trong công thức (2) và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử được thể hiện dưới đây.



Hợp chất có vị trí F-Rf trong công thức (2) và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử tốt hơn là được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5 đương lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,4 đương lượng cho mỗi đương lượng của 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen hoặc bis(dimetylsilyl) ete.

Các ví dụ về chất xúc tác hydrosilyl hóa được sử dụng để điều chế silan hoặc hợp chất siloxan có công thức (7a) hoặc (7b) bao gồm chất xúc tác

trên cơ sở kim loại nhóm platin như muối platin, axit cloplatinic, axit cloplatinic đã được cải biến rượu, phức hợp của axit cloplatinic với olefin, aldehyt, vinylsiloxan, hoặc rượu axetylen, tetrakis(triphenylphosphin)paladi, và clotris(triphenylphosphin)rodi. Cùng với các nhóm khác, hợp chất trên cơ sở platin như hợp chất kết hợp vinylsiloxan được ưu tiên.

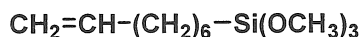
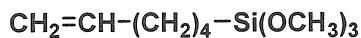
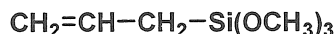
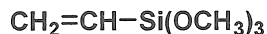
Chất xúc tác hydrosilyl hóa tốt hơn là được sử dụng với lượng như vậy để thu được trong khoảng từ 0,1 đến 100 ppm, tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,2 đến 50 ppm kim loại chuyển tiếp trên cơ sở tổng khối lượng của 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen hoặc bis(dimetylsilyl) ete và hợp chất có vị trí F-Rf trong công thức (2) và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử.

Trong điều chế silan hoặc hợp chất siloxan có công thức (7a) hoặc (7b), dung môi hữu cơ có thể được sử dụng. Dung môi hữu cơ thích hợp bao gồm dung môi ete như dibutyl ete, dietyl ete và tetrahydrofuran, và dung môi hydrocacbon như benzin dầu mỏ, toluen và xylen. Trong số các hợp chất này, toluen được ưu tiên nhất.

Dung môi có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 300 phần khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 150 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của hợp chất có vị trí F-Rf trong công thức (2) và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử.

Thông qua các bước tiếp theo là dùng phản ứng và chưng cất dung môi, silan hoặc hợp chất siloxan có công thức (7a) hoặc (7b) thu được.

Dưới đây là thể hiện các ví dụ về hợp chất có nhóm silyl có thể thủy phân được và vị trí olefin (ví dụ, nhóm alkenyl) ở các đầu của mạch phân tử, mà được sử dụng để điều chế hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (2).



Tốt hơn là, hợp chất có nhóm silyl có thể thủy phân được và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 5 đương lượng, tốt hơn nữa là 1 đến 2 đương lượng cho mỗi đương lượng các hợp chất silan có vị trí F-Rf trong công thức (2) và vị trí dimethylsilyl ở các đầu của mạch phân tử.

Các ví dụ về chất xúc tác hydrosilyl hóa được sử dụng để điều chế hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (2) bao gồm chất xúc tác trên cơ sở kim loại nhóm platin như muối platin, axit cloplatinic, axit cloplatinic đã được cải biến rượu, phức hợp của axit cloplatinic với olefin, aldehyt, vinylsiloxan, hoặc rượu axetylen, tetrakis(triphenylphosphin)paladi, và clotris(triphenylphosphin)rodi. Cùng với các nhóm khác, hợp chất trên cơ sở platin như hợp chất kết hợp vinylsiloxan được ưu tiên.

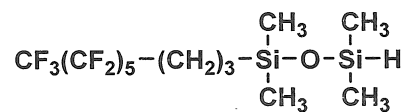
Tốt hơn là, chất xúc tác hydrosilyl hóa được sử dụng với lượng như vậy để thu được trong khoảng từ 0,1 đến 100 ppm, tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,2 đến 50 ppm kim loại chuyển tiếp trên cơ sở tổng khối lượng của silan hoặc hợp chất siloxan có vị trí F-Rf trong công thức (2) và vị trí dimethylsilyl ở các đầu của mạch phân tử và hợp chất có nhóm silyl có thể thủy phân được và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử.

Trong điều chế hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (2), dung môi hữu cơ có thể được sử dụng. Dung môi hữu cơ thích hợp bao gồm dung môi ete như dibutyl ete, dietyl ete và tetrahydrofuran, và dung môi hydrocacbon như benzin dầu mỏ, toluen và xylen. Trong số các hợp chất này, toluen được ưu tiên nhất.

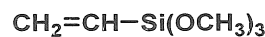
Dung môi có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 300 phần khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 150 phần khối lượng, tốt nhất là khoảng 100 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của silan hoặc hợp chất siloxan có vị trí F-Rf trong công thức (2) và vị trí dimethylsilyl ở các đầu của mạch phân tử.

Thông qua các bước tiếp theo là dùng phản ứng và chưng cất dung môi, thu được hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (2).

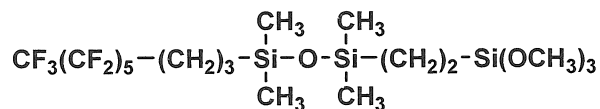
Ví dụ, khi hợp chất có công thức sau:



được sử dụng làm hợp chất siloxan có vị trí F-Rf trong công thức (2) và vị trí dimethylsilyl ở các đầu của mạch phân tử và hợp chất có công thức sau:



được sử dụng làm hợp chất có nhóm silyl có thể thủy phân được và vị trí olefin ở các đầu của mạch phân tử, thu được hợp chất siloxan có công thức sau.



Thành phần (B) có thể chứa sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần thu được từ quá trình ngưng tụ nhóm hydroxyl trên hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan có công thức (2), hoặc nhóm hydroxyl thu được từ quá trình thủy phân một phần nhóm có thể thủy phân được kết thúc trên hợp chất silan hữu cơ hoặc siloxan bằng phương pháp đã biết.

Chế phẩm phủ theo sáng chế chứa một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ các hợp chất trong số hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất siloxan có nhóm có thể thủy phân được và nhóm ưa béo và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng, Thành phần (A) và một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ các hợp chất trong số hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất

siloxan có nhóm có thể thủy phân được và nhóm hữu cơ đã được flo hóa (cụ thể là nhóm perfloalkyl hoặc perflopolyete) và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng, Thành phần (B) với tỷ lệ khối lượng cụ thể, tức là (A):(B) nằm trong khoảng từ 50:50 đến 90:10, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60:40 đến 80:20, với điều kiện tổng của các thành phần (A) và (B) là 100. Nếu thành phần (A) quá ít, tức là nếu thành phần (B) quá nhiều, thì chế phẩm phủ là chất chống thấm dầu để bề mặt lớp phủ đẩy bã nhờn trong dầu tay, khiến dầu tay trông dễ thấy. Nếu thành phần (A) quá nhiều, tức là nếu thành phần (B) quá ít, thì chế phẩm phủ ưa béo cao do đó nhiều bã nhờn trên lớp phủ, khiến dầu tay trông dễ thấy.

Sáng chế cũng đề xuất chất xử lý bề mặt chứa chế phẩm phủ.

Chất xử lý bề mặt này có thể còn bao gồm dung môi. Dung môi thích hợp bao gồm dung môi rượu như propylen glycol monometyl ete (PGME), butanol và isopropanol, dung môi ete như dibutyl ete, dietyl ete và tetrahydrofuran, dung môi hydrocacbon như benzin dầu mỏ, toluen và xylen, dung môi keton như axeton, metyl etyl keton, và metyl isobutyl keton. Cùng với các nhóm khác, dung môi rượu và dung môi ete được mong muốn trên quan điểm về độ hòa tan và khả năng thấm ướt, với PGME và dibutyl ete được mong muốn nhất.

Dung môi có thể được sử dụng pha trộn với hai hoặc nhiều trong khi tốt hơn là các thành phần (A) và (B) được hòa tan đều trong dung môi. Nồng độ tối ưu của các thành phần (A) và (B) trong dung môi thay đổi theo kiểu xử lý cụ thể. Lượng dễ cân có thể được chọn. Trong trường hợp phủ trực tiếp, tốt hơn là nồng độ nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10 phần khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của dung môi và hỗn hợp của các thành phần (A) và (B) (hoặc chế phẩm phủ) được kết hợp. Trong trường hợp xử lý bằng cách làm bay hơi, tốt hơn là nồng độ nằm trong khoảng từ 1 đến 100 phần khối lượng,

tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 30 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của dung môi và hỗn hợp của các thành phần (A) và (B) (hoặc chế phẩm phủ) được kết hợp. Trong trường hợp xử lý ướt, tốt hơn là nồng độ nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10 phần khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 1 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của dung môi và hỗn hợp của các thành phần (A) và (B) (hoặc chế phẩm phủ) được kết hợp.

Đối với chất xử lý bề mặt, chất xúc tác ngưng tụ thủy phân có thể được bổ sung. Chất xúc tác ngưng tụ thủy phân thích hợp bao gồm hợp chất thiếc hữu cơ như dibutyl thiếc dimetoxit và dibutyl thiếc dilaurat, hợp chất titan hữu cơ như tetra-n-butyl titanat, axit hữu cơ như axit axetic và axit metansulfonic, và axit vô cơ như axit clohydric, axit sunfuric và axit phosphoric. Trong số các hợp chất này, axit axetic, tetra-n-butyl titanat, và dibutyl thiếc dilaurat được mong muốn.

Chất xúc tác ngưng tụ thủy phân tốt hơn là được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 150 phần, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 25 đến 125 phần, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 110 phần khối lượng cho mỗi 100 phần khối lượng của hỗn hợp của các thành phần (A) và (B) (hoặc chế phẩm phủ).

Chất xử lý bề mặt này có thể được đưa lên nền bằng các kỹ thuật đã biết bất kỳ như phủ bằng bàn chải, nhúng, phun, làm bay hơi, và xử lý ướt. Trong trường hợp làm bay hơi, kiểu làm nóng có thể là làm nóng điện trở hoặc làm nóng EB và không bị giới hạn cụ thể. Nhiệt độ hóa rắn thay đổi theo kỹ thuật hóa rắn cụ thể. Ví dụ, trong trường hợp phủ trực tiếp (phủ bằng bàn chải, nhúng hoặc phun), điều kiện hóa rắn thích hợp bao gồm nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25 đến 200°C, cụ thể là nằm trong khoảng từ 25 đến 150°C trong 15 phút đến 36 giờ, cụ thể là 30 phút đến 24 giờ. Việc hóa rắn trong điều kiện ẩm (độ ẩm tương đối 50 đến 90%) cũng hữu ích. Khi kỹ

thuật phủ là làm bay hơi, nhiệt độ mong muốn nằm trong khoảng từ 20 đến 200°C. Việc hóa rắn trong điều kiện ẩm (độ ẩm tương đối 50 đến 90%) cũng hữu ích. Hơn nữa, trong trường hợp phủ thấm ướt, điều kiện mong muốn bao gồm nhiệt độ trong phòng (25°C±10°C) và 1 đến 24 giờ. Việc hóa rắn có thể được hoàn thành sơ bộ bằng cách làm nóng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 200°C trong thời gian từ 1 phút đến 1 giờ. Việc hóa rắn trong điều kiện ẩm (độ ẩm tương đối 50 đến 90%) cũng hữu ích.

Lớp phủ đã được hóa rắn thường có độ dày nằm trong khoảng từ 0,1 đến 100 nm, mong muốn là nằm trong khoảng từ 1 đến 20 nm mặc dù độ dày được chọn phụ thuộc vào loại nền. Ngoài ra, trong trường hợp phủ bằng cách phun, ví dụ, quy trình bao gồm việc pha loãng chất với dung môi hữu cơ có nước được bổ sung vào trước đó, do đó có tác dụng thủy phân để tạo ra Si-OH, và sau đó là phun, sự pha loãng được khuyến khích bởi vì lớp phủ nhanh chóng được hóa rắn.

Chất xử lý bề mặt này, trong đó phân tử ưa béo làm thành phần (A) và phân tử không thấm dầu làm thành phần (B) được trộn đều ở trạng thái cân bằng thích hợp, hóa rắn thành màng có góc tiếp xúc với axit oleic tốt hơn là lên đến 30°, tốt hơn nữa là lên đến 25° khi được đo ở 25°C và độ ẩm tương đối 40% bằng máy đo góc tiếp xúc Drop Master (Kyowa Interface Science Co., Ltd.). Khi dầu tay (hoặc bã nhờn) được đặt lên màng đã được hóa rắn, dầu tay nhìn không rõ vì khả năng hiển thị thấp do góc tiếp xúc nhỏ.

Chất xử lý bề mặt này, trong đó phân tử ưa béo làm thành phần (A) và phân tử không thấm dầu làm thành phần (B) được trộn đều ở trạng thái cân bằng thích hợp, tốt hơn là hóa rắn thành màng có độ đục lên đến 10, tốt hơn nữa là lên đến 7 khi được đo bằng máy đo độ đục NDH 5000 (Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.) khi bã nhờn đọng trên màng đã được hóa rắn dưới tải trọng 1 kg. Khi dầu tay (hoặc bã nhờn) được đặt lên màng đã được hóa rắn, dầu tay nhìn không rõ vì khả năng hiển thị thấp do độ đục thấp.

Nền được xử lý bằng chất xử lý bề mặt này không bị giới hạn cụ thể, và có thể được làm bằng các vật liệu mong muốn bao gồm giấy, vải, kim loại, oxit kim loại, thủy tinh, nhựa, gốm sứ và thạch anh. Chất xử lý bề mặt này có tác dụng tạo cho nền có tính chống thấm nước/dầu. Đặc biệt, chất xử lý bề mặt này được sử dụng có lợi để xử lý thủy tinh và màng đã được lắng phủ SiO_2 .

Vật phẩm được ưu tiên có thể được xử lý bằng chất xử lý bề mặt này bao gồm hệ thống định vị xe hơi, điện thoại di động, điện thoại thông minh, máy ảnh kỹ thuật số, máy quay video kỹ thuật số, PDA, máy nghe nhạc cầm tay, máy nghe nhạc xe hơi, máy chơi game, ống kính mắt, ống kính máy ảnh, bộ lọc ống kính, kính râm, dụng cụ y tế (ví dụ, máy nội soi dạ dày), máy photocopy, máy tính cá nhân, màn hình LC, màn hình EL hữu cơ, màn hình plasma, màn hình cảm ứng, màng bảo vệ, màng chống phản xạ, và các vật phẩm quang học khác. Chất xử lý bề mặt này đảm bảo rằng dấu tay và bã nhờn, khi đưa lên vật phẩm, rất khó nhìn thấy. Do đó, nó đặc biệt hữu ích khi lớp ura béo trên bảng điều khiển cảm ứng hiển thị và màng chống phản xạ.

Ví dụ thực hiện sáng chế

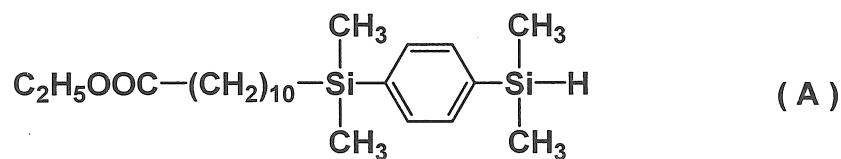
Ví dụ tổng hợp, ví dụ và ví dụ so sánh được đưa ra dưới đây để minh họa sáng chế, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

Điều chế thành phần (A) hoặc silan chứa nhóm ura béo

Ví dụ tổng hợp 1

Thiết bị phản ứng được nạp 45,7 g ($2,35 \times 10^{-1}$ mol) 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen, mà được làm nóng ở 80°C . Sau đó, $1,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,3 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 10,0 g ($4,71 \times 10^{-2}$ mol) etyl undexenoat được bổ sung nhỏ giọt trong hơn 3 giờ. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 1

giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chung cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 18,0 g hợp chất có công thức (A).



$^1\text{H-NMR}$

δ 0,2-0,4 (-Si-CH₃) 12H

δ 0,7 (-(CH₂)₇CH₂-Si-) 2H

δ 1,2-1,5 (-(CH₂)₇-, -OCH₂CH₃) 17H

δ 1,6 (-OOC-CH₂CH₂(CH₂)₇CH₂-Si-) 2H

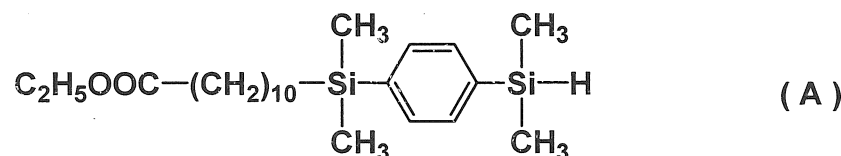
δ 2,3 (-OOC-CH₂-) 2H

δ 4,1 (-OCH₂CH₃) 2H

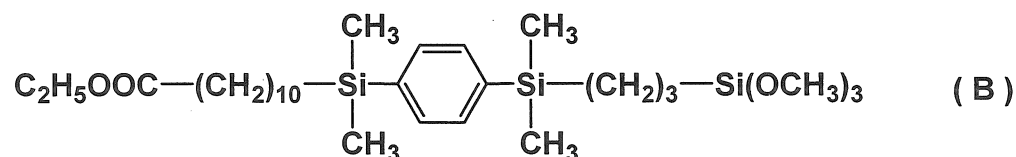
δ 4,4 (-Si-H) 1H

δ 7,5 (-Si-C₆H₄-Si-) 4H

Thiết bị phản ứng được nạp 10,0 g ($2,46 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (A).



Nó được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $1,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,3 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 8,00 g ($4,92 \times 10^{-2}$ mol) alyltrimetoxysilan được bổ sung nhỏ giọt. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 3 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chung cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 13,1 g hợp chất 1 có công thức (B).

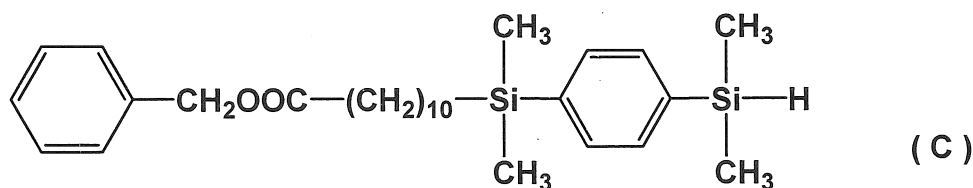


$^1\text{H-NMR}$

- δ 0,2-0,3 (-Si-CH₃) 12H
 δ 0,7 (-(CH₂)₇CH₂-Si-, -SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 4H
 δ 0,8 (-SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 2H
 δ 1,2-1,4 (-(CH₂)₇-, -OCH₂CH₃) 17H
 δ 1,5 (-SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 2H
 δ 1,6 (-OOC-CH₂CH₂(CH₂)₇CH₂-Si-) 2H
 δ 2,3 (-OOC-CH₂-) 2H
 δ 3,5 (-SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 9H
 δ 4,1 (-OCH₂CH₃) 2H
 δ 7,5 (-Si-CH₄-Si-) 4H

Ví dụ tổng hợp 2

Thiết bị phản ứng được nạp 35,4 g ($1,82 \times 10^{-1}$ mol) 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen, mà được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $1,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,3 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 10,0 g ($3,64 \times 10^{-2}$ mol) benzyl undexenoat được bổ sung nhỏ giọt trong hơn 3 giờ. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 1 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 14,4 g hợp chất có công thức (C).



¹H-NMR

- δ 0,2-0,4 (-Si-CH₃) 12H
 δ 0,7 (-(CH₂)₇CH₂-Si-) 2H
 δ 1,2-1,5 (-(CH₂)₇-) 14H
 δ 1,6 (-OOC-CH₂CH₂(CH₂)₇CH₂-Si-) 2H
 δ 2,3 (-OOC-CH₂-) 2H

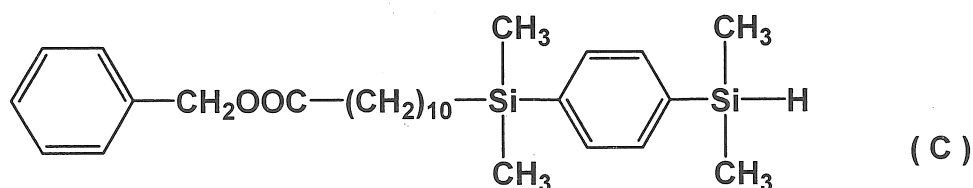
δ 4,4 (-Si-H) 1H

δ 5,1 (-OCH₂-C₆H₅) 2H

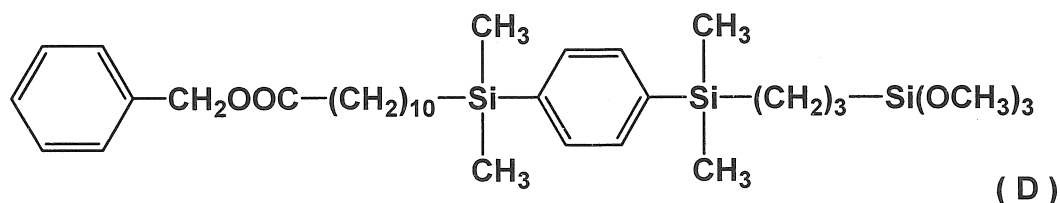
δ 7,3 (-OCH₂-C₆H₅) 5H

δ 7,5 (-Si-C₆H₄-Si-) 4H

Thiết bị phản ứng được nạp 10,0 g ($2,13 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (C).



Nó được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $1,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,3 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 4,9 g ($2,99 \times 10^{-2}$ mol) alyltrimetoxysilan được bổ sung nhỏ giọt. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 3 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 9,9 g hợp chất 2 có công thức (D).



¹H-NMR

δ 0,2-0,3 (-Si-CH₃) 12H

δ 0,7 (-(CH₂)₇CH₂-Si-, -SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 4H

δ 0,8 (-SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 2H

δ 1,2-1,4 (-(CH₂)₇-) 14H

δ 1,5 (-SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 2H

δ 1,6 (-OOC-CH₂CH₂(CH₂)₇CH₂-Si-) 2H

δ 2,3 (-OOC-CH₂-) 2H

δ 3,5 (-SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 9H

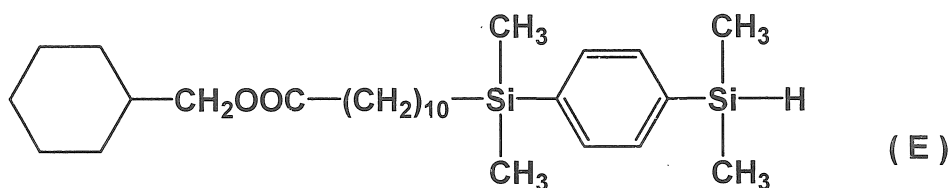
δ 5,1 (-OCH₂-C₆H₅) 2H

δ 7,3 (-OCH₂-C₆H₅) 5H

δ 7,5 (-Si-C₆H₄-Si-) 4H

Ví dụ tổng hợp 3

Thiết bị phản ứng được nạp 34,7 g ($1,78 \times 10^{-1}$ mol) 1,4-bis(dimethylsilyl)benzen, mà được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $1,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,3 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 10,0 g ($3,57 \times 10^{-2}$ mol) cyclohexylmetyl undexenoat được bổ sung nhỏ giọt trong hơn 3 giờ. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 1 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 13,1 g hợp chất có công thức (E).



¹H-NMR

δ 0,2-0,4 (-Si-CH₃) 12H

δ 0,7 (-(CH₂)₇CH₂-Si-) 2H

δ 1,2-1,5 (-(CH₂)₇-, -OCH₂-C₆H₁₁) 25H

δ 1,6 (-OOC-CH₂CH₂(CH₂)₇CH₂-Si-) 2H

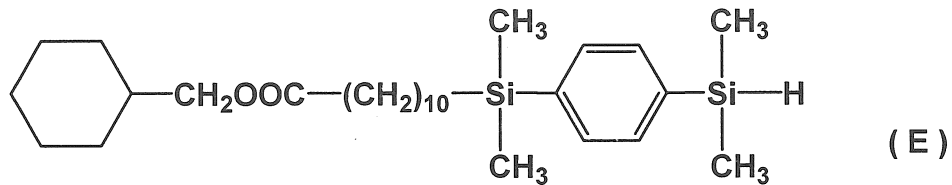
δ 2,3 (-OOC-CH₂-) 2H

δ 3,9 (-OCH₂-C₆H₁₁) 2H

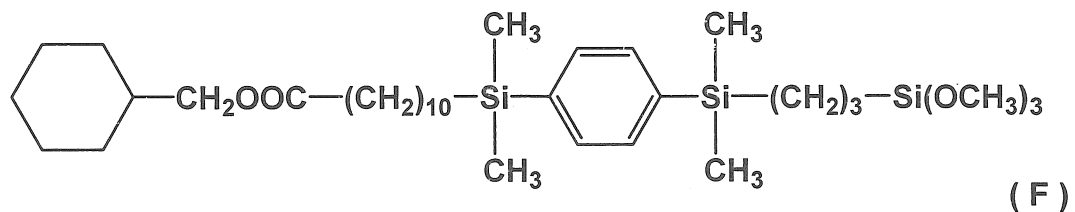
δ 4,4 (-Si-H) 1H

δ 7,5 (-Si-C₆H₄-Si-) 4H

Thiết bị phản ứng được nạp 8,0 g ($1,68 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (E).



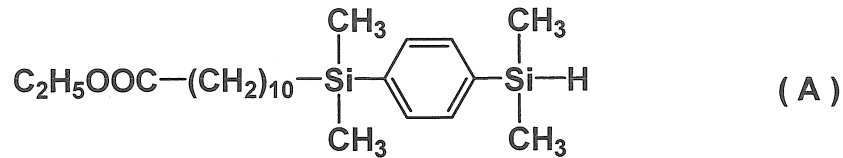
Nó được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $1,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,3 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 3,8 g ($2,36 \times 10^{-2}$ mol) alyltrimetoxysilan được bổ sung nhỏ giọt. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 3 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 6,9 g hợp chất 3 có công thức (F).

¹H-NMR

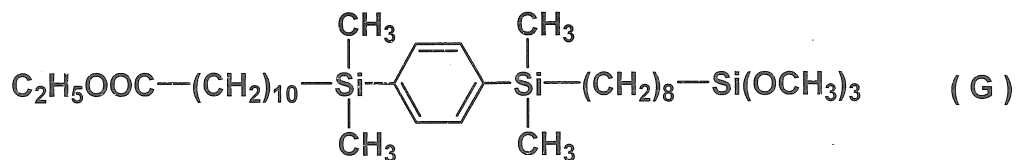
- δ 0,2-0,3 (-Si-CH₃) 12H
- δ 0,7 (-(CH₂)₇CH₂-Si-, -SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 4H
- δ 0,8 (-SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 2H
- δ 1,2-1,5 (-(CH₂)₇-, -OCH₂-C₆H₁₁) 25H
- δ 1,5 (-SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 2H
- δ 1,6 (-OOC-CH₂CH₂(CH₂)₇CH₂-Si-) 2H
- δ 2,3 (-OOC-CH₂-) 2H
- δ 3,5 (-SiCH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 9H
- δ 3,9 (-OCH₂-C₆H₁₁) 2H
- δ 7,5 (-Si-C₆H₄-Si-) 4H

Ví dụ tổng hợp 4

Thiết bị phản ứng được nạp 10,0 g ($2,46 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (A) trong Ví dụ tổng hợp 1.



Nó được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $1,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,3 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 8,0 g ($3,44 \times 10^{-2}$ mol) 7-octenyltrimetoxysilan được bổ sung nhỏ giọt. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 3 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 13,4 g hợp chất 4 có công thức (G).



$^1\text{H-NMR}$

δ 0,2-0,3 (-Si-CH₃) 12H

δ 0,7 (-(CH₂)7CH₂-Si-, -SiCH₂(CH₂)₆CH₂-Si(OCH₃)₃) 4H

δ 0,8 (-SiCH₂(CH₂)6CH₂-Si(OCH₃)₃) 2H

δ 1,2-1,4 (-(CH₂)₇-, -OCH₂CH₃) 17H

δ 1,5 (-SiCH₂(CH₂)₆CH₂-Si(OCH₃)₃) 12H

δ 1,6 (-OOC-CH₂CH₂(CH₂)₇CH₂-Si-) 2H

δ 2,3 (-OOC-CH₂-) 2H

δ 3,5 (-SiCH₂(CH₂)6CH₂-Si(OCH₃)₃) 9H

δ 4,1 (-OCH₂CH₃) 2H

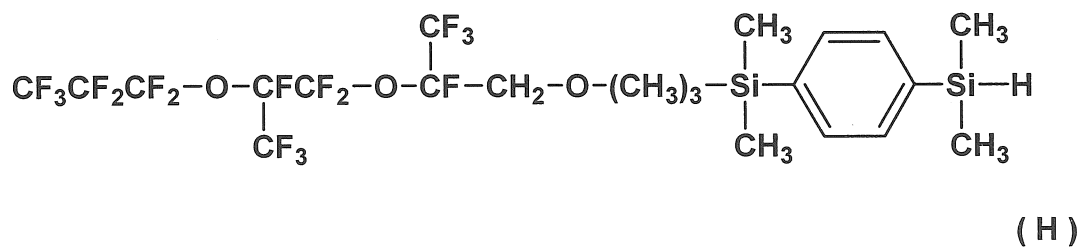
δ 7,5 (-Si-C₆H₄-Si-) 4H

Điều chế thành phần (B) hoặc silan hoặc siloxan chứa nhóm flocacbon

Ví dụ tổng hợp 5

Thiết bị phản ứng được nạp 18,6 g ($9,58 \times 10^{-2}$ mol) 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen, mà được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $1,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,3 \times 10^{-6}$ mol

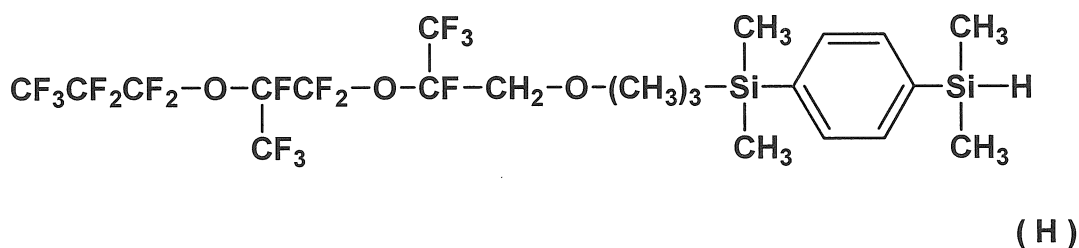
Pt) được bổ sung, mà sau đó 10,0 g ($1,92 \times 10^{-2}$ mol) $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{-O-}$
 $\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{-O-CF}(\text{CF}_3)\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{CH=CH}_2$ được bổ sung nhỏ giọt trong
 hơn 3 giờ. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 1 giờ. Dung môi và các chất
 phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm,
 thu được 8,0 g hợp chất có công thức (H).



$^1\text{H-NMR}$

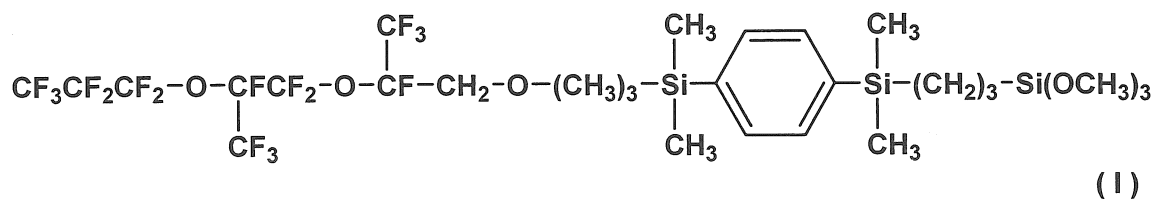
- δ 0,2-0,4 (-Si-CH₃) 12H
- δ 0,7 (-(CH₂)₂CH₂-Si-) 2H
- δ 1,6 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si-) 2H
- δ 3,5 (-O-CH₂-) 2H
- δ 3,9 (-OCH₂CF₂) 2H
- δ 4,4 (-Si-H) 1H
- δ 7,5 (-Si-C₆H₄-Si-) 4H

Thiết bị phản ứng được nạp 7,0 g ($9,77 \times 10^{-3}$ mol) hợp chất có công
 thức (H).



Nó được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $1,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức
 hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,3 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà
 sau đó 2,2 g ($1,37 \times 10^{-2}$ mol) alyltrimetoxysilan được bổ sung nhỏ giọt. Tiếp
 theo là làm nóng và khuấy trong 3 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã

không phản ứng được chung cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 7,7 g hợp chất 6 có công thức (I).



$^1\text{H-NMR}$

δ 0,1 (-Si-CH₃) 12H

δ 0,7 (-(CH₂)₂CH₂-Si-) 2H

δ 0,8 (-Si-CH₂(CH₂)₂-Si(OCH₃)₃, -Si-(CH₂)₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 4H

δ 1,6 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si-, -Si-CH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 4H

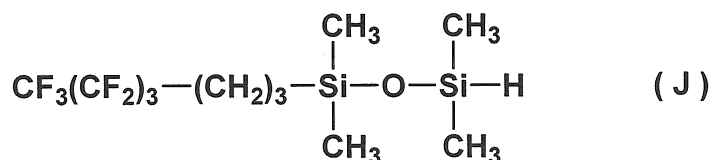
δ 3,5 (-Si(CH₂)₃-Si(OCH₃)₃, -O-CH₂-) 11H

δ 3,9 (-O-CH₂CF₂) 2H

δ 7,5 (-Si-C₆H₄-Si-) 4H

Ví dụ tổng hợp 6

Thiết bị phản ứng được nạp 77,5 g ($5,77 \times 10^{-1}$ mol) bis(dimetylsilyl) ete, mà được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $3,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,9 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 30,0 g ($1,15 \times 10^{-1}$ mol) CF₃(CF₂)₃CH₂CH=CH₂ được bổ sung nhỏ giọt trong hơn 3 giờ. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 1 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chung cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 40,1 g hợp chất có công thức (J).



$^1\text{H-NMR}$

δ 0,1-0,2 (-Si-CH₃) 12H

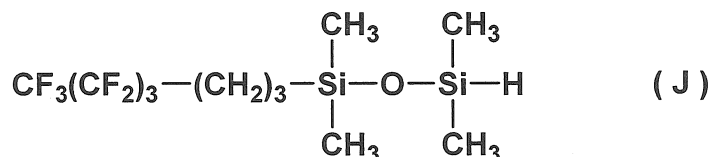
δ 0,7 (-(CH₂)₂CH₂-Si-) 2H

δ 1,6 (CF₂-CH₂CH₂CH₂-Si-) 2H

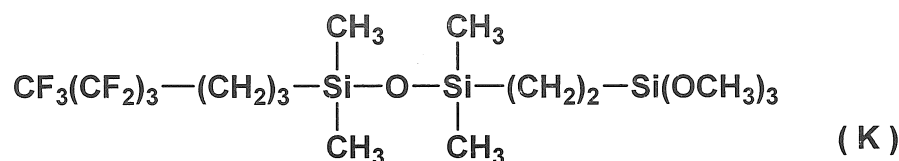
δ 2,1 (CF₂-CH₂(CH₂)₂-Si-) 2H

δ 4,7 (-Si-H) 1H

Thiết bị phản ứng được nạp 30,0 g ($7,61 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (J).



Nó được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $3,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,9 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 15,8 g ($1,06 \times 10^{-1}$ mol) vinyltrimetoxysilan được bổ sung nhỏ giọt. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 3 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 35,5 g hợp chất 7 có công thức (K).



¹H-NMR

δ 0-0,1 (-Si-CH₃) 12H

δ 0,7 (-(CH₂)₂CH₂-Si-, -Si-CH₂-CH₂-Si(OCH₃)₃, -Si-CH₂-CH₂-Si(OCH₃)₃) 6H

δ 1,6 (CF₂-CH₂CH₂CH₂-Si-) 2H

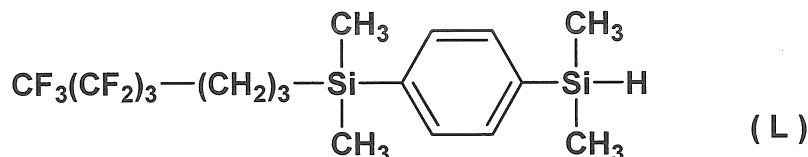
δ 2,1 (CF₂-CH₂(CH₂)₂-Si-) 2H

δ 3,5 (-Si(CH₂)₂-Si(CH₃)₃) 9H

Ví dụ tổng hợp 7

Thiết bị phản ứng được nạp 186,9 g ($9,61 \times 10^{-1}$ mol) 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen, mà được làm nóng ở 70°C. Sau đó, $5,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $1,5 \times 10^{-6}$ mol

Pt) được bổ sung, mà sau đó 50,0 g ($1,92 \times 10^{-1}$ mol) $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$ được bổ sung nhỏ giọt trong hơn 3 giờ. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 1 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 76,1 g hợp chất có công thức (L).



$^1\text{H-NMR}$

δ 0,2-0,4 (-Si- $\underline{\text{CH}_3}$) 12H

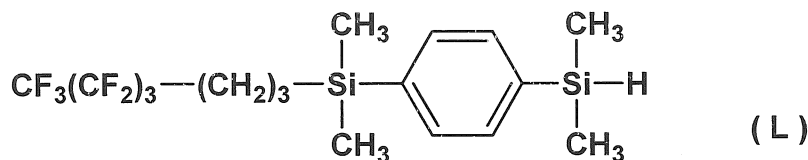
δ 0,7 (- $(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2$ -Si-) 2H

δ 1,6 (CF_2 - $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$ -Si-) 2H

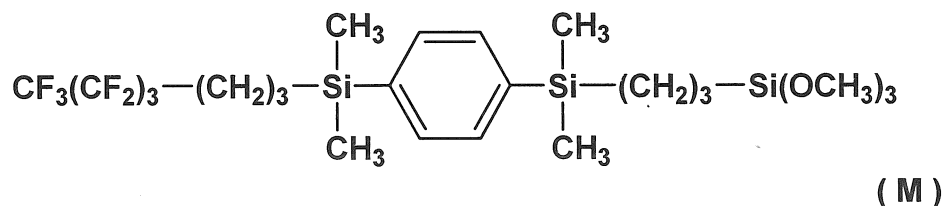
δ 2,1 (CF_2 - $\underline{\text{CH}_2}$ (CH_2) $_2$ -Si-) 2H

δ 4,4 (-Si-H) 1H

Thiết bị phản ứng được nạp 10,0 g ($2,20 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (L).



Nó được làm nóng ở 80°C . Sau đó, $1,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,3 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 5,0 g ($3,09 \times 10^{-2}$ mol) alyltrimetoxysilan được bổ sung nhỏ giọt. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 3 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 11,8 g hợp chất 8 có công thức (M).

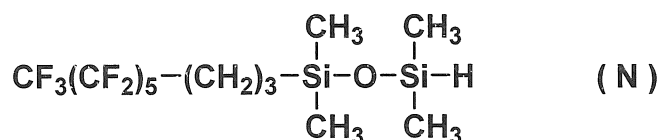


$^1\text{H-NMR}$

- δ 0,2-0,3 (-Si-CH₃) 12H
 δ 0,7 (-(CH₂)₂CH₂-Si-) 2H
 δ 0,8 (-Si-CH₂(CH₂)₂-Si(OCH₃)₃, -Si-(CH₂)₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 4H
 δ 1,4 (CF₂-CH₂CH₂CH₂-Si-) 2H
 δ 1,6 (-Si-CH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 2H
 δ 2,1 (CF₂-CH₂(CH₂)₂-Si-) 2H
 δ 3,5 (-Si(CH₂)₃-Si(OCH₃)₃) 9H
 δ 7,5 (-Si-C₆H₄-Si-) 4H

Ví dụ tổng hợp 8

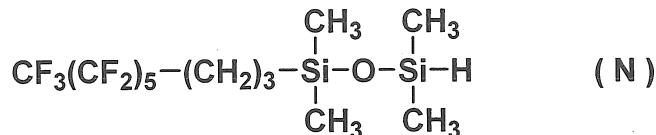
Thiết bị phản ứng được nạp 56,0 g ($4,17 \times 10^{-1}$ mol) bis(dimetylsilyl) ete, mà được làm nóng ở 60°C. Sau đó, $3,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,9 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 30,0 g ($8,33 \times 10^{-2}$ mol) CF₃(CF₂)₅CH₂CH=CH₂ được bổ sung nhỏ giọt trong hơn 3 giờ. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 1 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 38,3 g hợp chất có công thức (N).



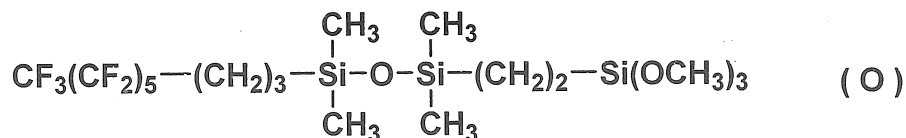
¹H-NMR

- δ 0,1-0,2 (-Si-CH₃) 12H
 δ 0,7 (-(CH₂)₂CH₂-Si-) 2H
 δ 1,6 (CF₂-CH₂CH₂CH₂-Si-) 2H
 δ 2,1 (CF₂-CH₂(CH₂)₂-Si-) 2H
 δ 4,7 (-Si-H) 1H

Thiết bị phản ứng được nạp 30,0 g ($6,07 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (N).



Nó được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $3,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,9 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 12,6 g ($8,49 \times 10^{-2}$ mol) vinyltrimetoxysilan được bổ sung nhỏ giọt. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 3 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 32,7 g hợp chất 9 có công thức (O).



$^1\text{H-NMR}$

δ 0-0,1 (-Si-CH₃) 12H

δ 0,7 (-(CH₂)₂CH₂-Si-, -Si-CH₂-CH₂-Si(OCH₃)₃, -Si-CH₂-CH₂-Si(OCH₃)₃) 6H

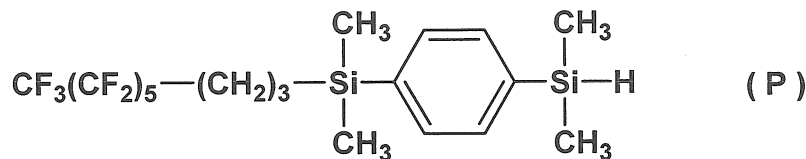
δ 1,6 (CF₂-CH₂CH₂CH₂-Si-) 2H

δ 2,1 (CF₂-CH₂(CH₂)₂-Si-) 2H

δ 3,5 (-Si(CH₂)₂-Si(OCH₃)₃) 9H

Ví dụ tổng hợp 9

Thiết bị phản ứng được nạp 81,0 g ($4,17 \times 10^{-1}$ mol) 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen, mà được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $3,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,9 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 30,0 g ($8,33 \times 10^{-2}$ mol) CF₃(CF₂)₅CH₂CH=CH₂ được bổ sung nhỏ giọt trong hơn 3 giờ. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 1 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 36,1 g hợp chất có công thức (P).



$^1\text{H-NMR}$

δ 0,2-0,4 (-Si-CH₃) 12H

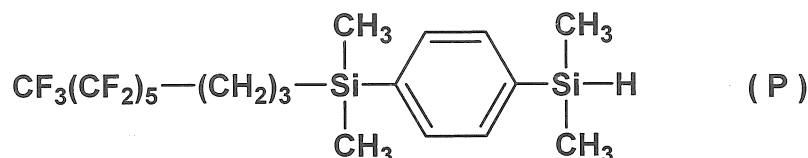
δ 0,7 (-(CH₂)2CH₂-Si-) 2H

δ 1,6 (CF₂-CH₂CH₂CH₂-Si-) 2H

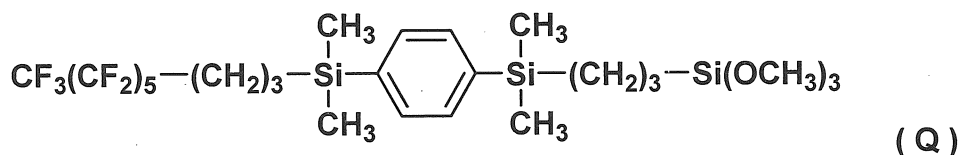
δ 2,1 (CF₂-CH₂(CH₂)₂-Si-) 2H

δ 4,4 (-Si-H) 1H

Thiết bị phản ứng được nạp 30,0 g ($5,42 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (P).



Nó được làm nóng ở 80°C. Sau đó, $3,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen của phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $0,9 \times 10^{-6}$ mol Pt) được bổ sung, mà sau đó 12,0 g ($7,41 \times 10^{-2}$ mol) alyltrimetoxysilan được bổ sung nhỏ giọt. Tiếp theo là làm nóng và khuấy trong 3 giờ. Dung môi và các chất phản ứng đã không phản ứng được chưng cất trong điều kiện áp suất giảm, thu được 33,7 g hợp chất 10 có công thức (Q).



$^1\text{H-NMR}$

δ 0,2-0,3 (-Si-CH₃) 12H

δ 0,7 (-(CH₂)2CH₂-Si-) 2H

δ 0,8 (-Si-CH₂(CH₂)₂-Si(OCH₃)₃, -Si-(CH₂)₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 4H

δ 1,4 (CF₂-CH₂CH₂CH₂-Si-) 2H

δ 1,6 (-Si-CH₂CH₂CH₂-Si(OCH₃)₃) 2H

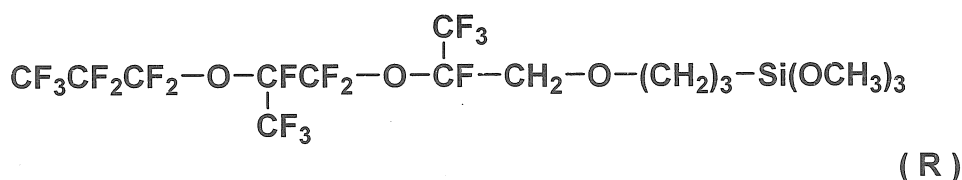
δ 2,1 ($\text{CF}_2\text{-CH}_2(\text{CH}_2)_2\text{-Si-}$) 2H

δ 3,5 ($-\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{-Si}(\text{OCH}_3)_3$) 9H

δ 7,5 ($-\text{Si-C}_6\text{H}_4\text{-Si-}$) 4H

Ví dụ 1 đến 11

Chất xử lý bề mặt được điều chế bằng cách trộn hợp chất 1 làm silan chứa nhóm ưa béo hoặc thành phần (A), KBM-7603 ($\text{CF}_3\text{-(CF}_2)_5\text{-C}_2\text{H}_4\text{-Si}(\text{OCH}_3)_3$, Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) làm silan hoặc siloxan chứa nhóm flocacbon hoặc thành phần (B), và hợp chất 5 có công thức (R):



hoặc hợp chất 6 đến 10 trong các Ví dụ tổng hợp, với tỷ lệ được thể hiện trong các Bảng 1 và 2, hòa tan chúng trong propylen glycol monometyl ete (PGME) để tạo ra dung dịch 0,1% khối lượng, và bổ sung axit axetic ở nồng độ 0,1% khối lượng. Chất xử lý bề mặt này được phủ bằng cách phun lên thủy tinh Gorilla (Corning Inc.) và hóa rắn ở 80°C trong 12 giờ để tạo ra màng đã được hóa rắn có độ dày ~2 nm.

Ví dụ 12 đến 14

Chất xử lý bề mặt được điều chế bằng cách trộn hợp chất 2 đến 4 làm silan chứa nhóm ưa béo hoặc thành phần (A) và hợp chất 5 làm silan hoặc siloxan chứa nhóm flocacbon hoặc thành phần (B) với tỷ lệ được thể hiện trong Bảng 2, hòa tan chúng trong PGME để tạo ra dung dịch 0,1% khối lượng, và bổ sung axit axetic ở nồng độ 0,1% khối lượng. Chất xử lý bề mặt này được phủ bằng cách phun lên thủy tinh Gorilla (Corning Inc.) và hóa rắn ở 80°C trong 12 giờ để tạo ra màng đã được hóa rắn có độ dày ~2 nm.

Ví dụ so sánh 1

Chất xử lý bề mặt được điều chế bằng cách hòa tan hợp chất 5 trong PGME để tạo ra dung dịch 0,1% khối lượng, và bổ sung axit axetic ở nồng độ 0,1% khối lượng. Chất xử lý bề mặt này được phủ bằng cách phun lên thủy tinh Gorilla (Corning Inc.) và hóa rắn ở 80°C trong 12 giờ để tạo ra màng đã được hóa rắn có độ dày ~2 nm.

Ví dụ so sánh 2

Chất xử lý bề mặt được điều chế bằng cách trộn hợp chất 1 làm silan chứa nhóm ưa béo hoặc thành phần (A), hợp chất 5 làm silan chứa nhóm flocacbon hoặc thành phần (B) với tỷ lệ được thể hiện trong Bảng 2, hòa tan chúng trong PGME để tạo ra dung dịch 0,1% khối lượng, và bổ sung axit axetic ở nồng độ 0,1% khối lượng. Chất xử lý bề mặt này được phủ bằng cách phun lên thủy tinh Gorilla (Corning Inc.) và hóa rắn ở 80°C trong 12 giờ để tạo ra màng đã được hóa rắn có độ dày ~2 nm.

Đánh giá khả năng hiển thị dấu tay

Bã nhờn được lắng trên mẫu kính với màng đã được hóa rắn, được tạo ra trên đây, dưới tải trọng 1 kg. Khả năng hiển thị được đánh giá bằng 4 mức bằng thử nghiệm cảm giác đối với quan sát trực quan. Kết quả được thể hiện trong các Bảng 1 và 2.

4: dấu tay ít nhìn thấy

3: dấu tay khá dễ thấy

2: dấu tay mỏng, nhưng chắc chắn có thể nhìn thấy

1: dấu tay chắc chắn có thể nhìn thấy

Đánh giá độ đục

Bã nhờn được lắng trên mẫu kính với màng đã được hóa rắn, được tạo ra trên đây, dưới tải trọng 1 kg. Độ đục được đo bằng máy đo độ đục NDH 5000 (Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.). Kết quả được thể hiện trong các Bảng 1 và 2.

Đánh giá khả năng thấm ướt

Mẫu kính với màng đã được hóa rắn, được tạo ra trên đây, được thử nghiệm bằng máy đo góc tiếp xúc Drop Master (Kyowa Interface Science Co., Ltd.). Màng đã được hóa rắn được đo cho góc tiếp xúc với nước hoặc axit (giọt nhỏ 2 μL , nhiệt độ 25°C, độ ẩm tương đối 40%, thời gian đo 40 giây). Kết quả (góc tiếp xúc với nước hoặc axit oleic) được thể hiện trong các Bảng 1 và 2.

Bảng 1

Lượng (% khối lượng)	Mẫu							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Hợp chất 1	90	90	90	90	90	90	90	50
Hợp chất 2								
Hợp chất 3								
Hợp chất 4								
KBM-7603	10							
Hợp chất 5		10						50
Hợp chất 6			10					
Hợp chất 7				10				
Hợp chất 8					10			
Hợp chất 9						10		
Hợp chất 10							10	

Đánh giá								
Khả năng hiển thị dấu tay	4	4	4	4	4	4	4	4
Độ đục của dấu tay (%)	6,9	1,7	5,3	3,4	2,7	3,6	4,6	1,7
Góc tiếp xúc với nước (°)	82	81	81	82	83	82	83	83
Góc tiếp xúc với axit oleic (°)	8	7	13	7	10	7	12	8

Bảng 2

Lượng (% khối lượng)	Ví dụ						Ví dụ so sánh	
	9	10	11	12	13	14	1	2
Hợp chất 1	70	70	70					10
Hợp chất 2				90				
Hợp chất 3					90			
Hợp chất 4						90		
KBM-7603								
Hợp chất 5				10	10	10	100	90
Hợp chất 6								
Hợp chất 7	30							
Hợp chất 8		30						
Hợp chất 9			30					
Hợp chất 10								
Đánh giá								
Khả năng hiển thị dấu tay	4	4	4	4	4	4	1	2
Độ đục của dấu tay (%)	3,1	4,7	4,3	1,9	2,5	3,1	15,3	17,4

Góc tiếp xúc với nước (°)	82	86	83	78	80	84	92	88
Góc tiếp xúc với axit oleic (°)	7	21	11	7	8	9	48	27

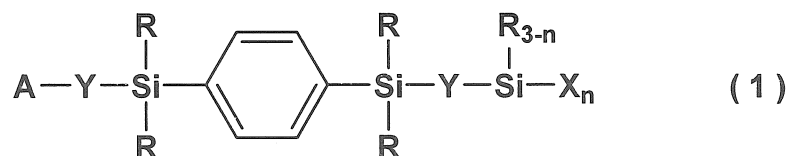
Trong việc đánh giá khả năng hiển thị dấu tay, đã chứng minh được trong phần Ví dụ thực hiện sáng chế rằng dấu tay không thể nhìn thấy được. Trong Ví dụ so sánh 1 chỉ chứa silan chứa nhóm flocacbon, nhưng không chứa nhóm ưa béo, dấu tay chắc chắn có thể nhìn thấy. Trong Ví dụ so sánh 2, dấu tay có thể nhìn thấy trong silan chứa nhóm flocacbon nhiều hơn nhiều so với silan chứa nhóm ưa béo,.

Trong phép đo độ đục bằng máy đo độ đục, tất cả các ví dụ đều có giá trị độ đục thấp, tương thích với kết quả của thử nghiệm cảm quan.

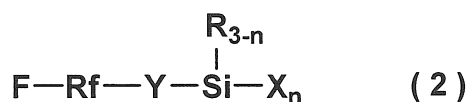
Trong đánh giá khả năng thấm ướt, các ví dụ đã cho thấy tính ưa béo thỏa đáng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm phủ chứa (A) một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ các hợp chất trong số hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất siloxan có công thức chung (1) và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng và (B) một hoặc nhiều hợp chất được chọn trong số các hợp chất silan hoặc hợp chất siloxan có công thức chung (2) và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của chúng với tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 50:50 đến 90:10, tổng của các thành phần (A) và (B) là 100,

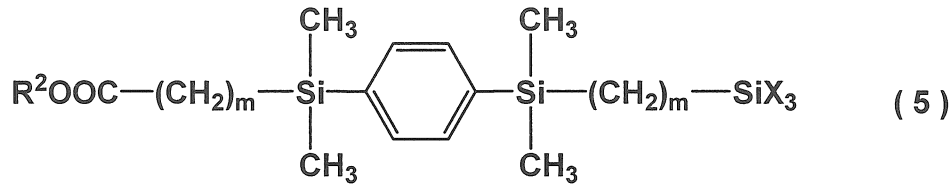


trong đó A là $-\text{C}(=\text{O})\text{OR}^1$, $-\text{C}(=\text{O})\text{NR}^1_2$ hoặc $-\text{C}(=\text{O})\text{SR}^1$, R^1 là hydro, nhóm C_1 - C_7 alkyl hoặc nhóm benzyl, Y độc lập là nhóm C_2 - C_{30} alkylen có thể chứa nhóm hóa trị hai được chọn từ các nhóm trong số $-\text{O}-$, $-\text{S}-$, $-\text{NR}-$, $-\text{C}(=\text{O})-$, $-\text{C}(=\text{O})\text{O}-$, $-\text{C}(=\text{O})\text{NR}-$, $-\text{OC}(=\text{O})\text{NR}-$, nhóm silalkylen, nhóm silarylen, và các gốc polysiloxan hữu cơ hóa trị hai mạch thẳng, mạch nhánh hoặc mạch vòng có 2 đến 10 nguyên tử silic, trong đó R là C_1 - C_4 alkyl hoặc phenyl, và có thể chứa nhóm C_6 - C_{20} arylen, R độc lập là nhóm C_1 - C_4 alkyl hoặc nhóm phenyl, X độc lập là nhóm hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân được, và n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3,



trong đó Rf là nhóm perfloalkylen hoặc nhóm perflopolyete hóa trị hai, Y, R, X và n là như được xác định trên đây.

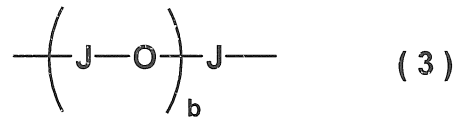
2. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó hợp chất silan hữu cơ hoặc hợp chất siloxan làm thành phần (A) là hợp chất silan hữu cơ chứa nhóm ưa béo có công thức chung (5):



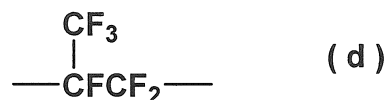
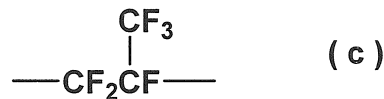
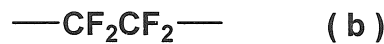
trong đó R^2 là nhóm $\text{C}_1\text{-C}_7$ alkyl hoặc nhóm benzyl, mỗi m độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 20, và X là như được xác định trên đây.

3. Chế phẩm phủ theo điểm 1 hoặc 2, trong đó trong các công thức (1) và (2), X độc lập được chọn từ nhóm bao gồm hydroxyl, $\text{C}_1\text{-C}_{10}$ alkoxy, alkoxy được thế $\text{C}_2\text{-C}_{10}$ alkoxy, $\text{C}_1\text{-C}_{10}$ alyloxy, $\text{C}_2\text{-C}_{10}$ alkenyloxy, halogen, oxim, isoxyanat, và xyanat.

4. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 3, trong đó trong công thức (2), R_f là nhóm $\text{C}_3\text{-C}_{12}$ perfloalkylen hoặc nhóm perflopolyete hóa trị hai có công thức (3):



trong đó J là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm perfloalkylen có các công thức cấu trúc (a) đến (e):



và tất cả J có thể có cùng cấu trúc hoặc cấu trúc số nhiều có thể được sắp xếp theo thứ tự một cách ngẫu nhiên, và b chỉ ra số lượng đơn vị lặp lại nằm trong khoảng từ 3 đến 6.

5. Chất xử lý bề mặt chứa chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 4.

6. Chất xử lý bề mặt theo điểm 5, trong đó chất xử lý bề mặt này còn chứa dung môi.

7. Chất xử lý bề mặt theo điểm 5 hoặc 6, trong đó chất xử lý bề mặt này còn chứa chất xúc tác ngưng tụ thủy phân.

8. Chất xử lý bề mặt này theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 7, trong đó chất xử lý bề mặt này hóa rắn thành màng có góc tiếp xúc với axit oleic lên đến 30° ở 25°C và độ ẩm tương đối 40%.

9. Chất xử lý bề mặt này theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 8, trong đó chất xử lý bề mặt này hóa rắn thành màng có độ đục lên đến 10 khi bã nhờn đọng trên màng đã được hóa rắn dưới tải trọng 1 kg.

10. Vật phẩm có trên bề mặt của nó màng đã được hóa rắn chứa chất xử lý bề mặt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 9.