



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

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



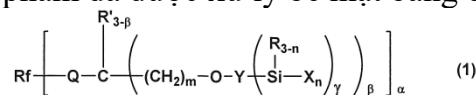
1-0039540

(51)^{2006.01} C08G 65/336; C09D 5/16; C09K 3/18; (13) B
C09D 171/00

- (21) 1-2018-03350 (22) 01/02/2017
 (86) PCT/JP2017/003613 01/02/2017 (87) WO 2017/141707 24/08/2017
 (30) 2016-027894 17/02/2016 JP
 (45) 25/04/2024 433 (43) 26/11/2018 368A
 (73) SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD. (JP)
 6-1, Ohtemachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 1000004, Japan
 (72) SAKOH Ryusuke (JP); ASAKURA Eri (JP); MATSUDA Takashi (JP); YAMANE Yuji (JP).
 (74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) SILAN ĐÃ ĐƯỢC CẢI BIẾN BẰNG POLYME CHỨA FLOPOLYETE VÀ CHẾ PHẨM XỬ LÝ BỀ MẶT CHỨA SILAN NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete được biểu thị bằng công thức chung (1). Silan đã được cải biến này có khả năng tạo ra màng phủ đã được hóa rắn có đặc tính kỵ dầu kỵ nước và có khả năng chịu mài mòn. Sáng chế còn đề cập đến chế phẩm xử lý bề mặt chứa silan này và/hoặc sản phẩm ngưng tụ thủy phân một phần của nó, và sản phẩm đã được xử lý bề mặt bằng chế phẩm xử lý bề mặt này.



Trong công thức này, Rf là gốc polyme chứa nhóm flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai; Q là nhóm hydrocacbon hóa trị hai có 2 đến 6 nguyên tử cacbon, có thể chứa liên kết ete; Y là nhóm hydrocacbon có chức năng từ 2 đến 6, có thể chứa nguyên tử silic, nhóm silylen và/hoặc liên kết siloxan; mỗi R độc lập là nhóm alkyl có 1 đến 4 nguyên tử cacbon; mỗi X độc lập là nhóm hydroxyl hoặc nhóm dễ thủy phân; n là số nguyên từ 1 đến 3; γ là số nguyên từ 1 đến 5; m là số nguyên từ 1 đến 5; R' là nhóm alkyl có 1 đến 4 nguyên tử cacbon; β là số nguyên từ 1 đến 3; và α bằng 1 hoặc 2.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete, và cụ thể hơn, đến silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có khả năng tạo ra lớp phủ có khả năng kỵ nước/dầu và khả năng chịu mài mòn được cải thiện, chế phẩm xử lý bề mặt chứa silan và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó, và sản phẩm có bề mặt đã được xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt này (tức là có lớp phủ của chế phẩm xử lý bề mặt đã được hóa rắn trên bề mặt của nó).

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Gần đây, nhu cầu gắn các tấm cảm ứng làm màn hình trên điện thoại di động và các thiết bị hiển thị khác ngày càng gia tăng. Trong khi tấm cảm ứng có màn hình được để trần, có nhiều nguy cơ là ngón tay hoặc má tiếp xúc trực tiếp với màn hình. Việc tấm cảm ứng dễ bị bẩn bởi các vết bẩn như bã nhờn là điều không mong muốn. Có nhu cầu ngày càng gia tăng hàng năm đối với công nghệ nhằm đạt được mức độ không thấm dấu vân tay hoặc dễ loại bỏ vết bẩn trên bề mặt hiển thị để có được mức độ hiển thị hoặc khả năng nhìn tốt hơn. Do đó, việc có nguyên liệu có khả năng đáp ứng được các yêu cầu này là điều mong muốn. Đặc biệt là, đối với màn hình cảm ứng mà dễ bị dính vết dấu vân tay, việc tạo ra lớp kỵ nước/dầu trên bề mặt của chúng là điều mong muốn. Các lớp kỵ nước/dầu đã biết có khả năng kỵ nước/dầu cao và dễ loại bỏ vết bẩn, nhưng gặp phải vấn đề là hiệu quả chống bám bẩn giảm trong thời gian sử dụng.

Nói chung, các hợp chất chứa flopolyete, nhờ năng lượng tự do bề mặt cực thấp của chúng, thể hiện khả năng kỵ nước/dầu, tính chịu hóa chất, tính chất trơn, tính tách, tính chống bám bẩn và các đặc tính khác. Nhờ có các đặc tính hữu ích này, chúng được dùng trong nhiều lĩnh vực công nghiệp như làm chất chống bám bẩn kỵ nước/dầu đối với giấy và vải dệt, chất làm trơn đối với phương tiện ghi từ tính, chất

ky dầu đối với các dụng cụ chính xác, chất tách, thành phần của mỹ phẩm, màng bảo vệ và các lĩnh vực tương tự. Ngược lại, cùng các đặc tính đó biểu thị tính không bám dính hoặc không dính vào các nền khác. Ngay cả khi chúng có thể được phủ lên bề mặt nền, thì lớp phủ cũng khó bám chặt vào nền này.

Mặt khác, đã biết là các chất kết dính silan có khả năng liên kết bề mặt của nền thủy tinh hoặc vải với các hợp chất hữu cơ. Chúng được sử dụng rộng rãi làm chất phủ bề mặt đối với nhiều nền. Chất kết dính silan chứa nhóm chức hữu cơ và nhóm silyl phản ứng (thường là silyl dễ thủy phân như alkoxy-silyl) trong phân tử. Với sự có mặt của hơi ẩm có trong không khí hoặc các yếu tố tương tự, các nhóm silyl dễ thủy phân trải qua phản ứng tự ngưng tụ để tạo ra lớp phủ. Các nhóm silyl dễ thủy phân tạo ra các liên kết hóa học và vật lý với bề mặt thủy tinh hoặc kim loại, nhờ đó lớp phủ trở thành lớp phủ bền.

Các tài liệu sáng chế 1 đến 5 (JP-A 2008-534696, JP-A 2008-537557, JP-A 2012-072272, JP-A 2012-157856, JP-A 2013-136833) bộc lộ chế phẩm chứa silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete mà được tạo ra bằng cách đưa nhóm silyl dễ thủy phân vào hợp chất chứa flopolyete, chế phẩm này dính chặt vào bề mặt nền và có khả năng tạo ra lớp phủ có khả năng kỵ nước/dầu, tính chịu hóa chất, tính chất trơn, tính tách, tính chống bám bẩn và các đặc tính khác trên bề mặt nền.

Khi các thấu kính và lớp phủ chống phản xạ là bề mặt đã được xử lý bằng chế phẩm chứa silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete thu được bằng cách đưa nhóm silyl dễ thủy phân vào hợp chất chứa flopolyete, thì các lớp phủ đã được hóa rắn được cải thiện về đặc tính trượt và tách, nhưng không tạo ra đủ hiệu quả để thỏa mãn yêu cầu nghiêm ngặt hiện nay của người dùng về khả năng chịu mài mòn. Các lớp phủ được phủ dưới dạng màng dày để đáp ứng được hiệu quả của người dùng hơn, nhưng khiến cho bề mặt thủy tinh bị đục hoặc mờ, làm giảm khả năng nhìn thấy.

Các tài liệu nêu trong phân tình trạng kỹ thuật

Các 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

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Một mục đích của sáng chế, mà đã nảy sinh từ các tình huống nêu trên, là đề xuất silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có khả năng tạo ra lớp phủ đã được hóa rắn có khả năng kỵ nước/dầu và khả năng chịu mài mòn được cải thiện, chế phẩm xử lý bề mặt chứa silan và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó, và sản phẩm có bề mặt đã được xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt này (tức là có lớp phủ của chế phẩm xử lý bề mặt đã được hóa rắn trên bề mặt của nó).

Giải pháp giải quyết vấn đề

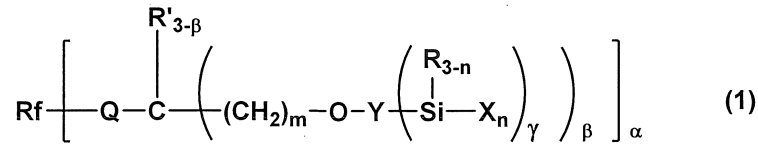
Các tác giả sáng chế đã tiến hành các nghiên cứu sâu rộng để đạt được mục đích nêu trên, và đã phát hiện ra rằng trong số các silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete nêu trên, silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức chung (1), được thể hiện dưới đây, có hiệu quả ở chỗ chế phẩm xử lý bề mặt chứa silan này và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó có khả năng tạo ra lớp phủ đã được hóa rắn có khả năng kỵ nước/dầu, khả năng chịu mài mòn và khả năng nhìn thấy được cải thiện. Sáng chế đã được tạo ra dựa vào sự phát hiện này.

Do đó, sáng chế đề xuất silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete, chế phẩm xử lý bề mặt, và sản phẩm, như được xác định dưới đây.

[1]

Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức chung (1):

[Công thức hóa học 1]

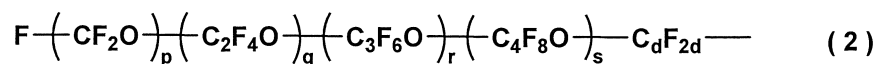


trong đó Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hai, Q là nhóm hydrocacbon hóa trị hai có 2-6 nguyên tử cacbon có thể chứa liên kết ete, Y là nhóm hydrocacbon hóa trị hai đến sáu có thể chứa nguyên tử silic, gốc silylen và/hoặc liên kết siloxan, R độc lập là nhóm C₁-C₄ alkyl, X độc lập là hydroxyl hoặc nhóm dễ thủy phân, n là số nguyên từ 1 đến 3, γ là số nguyên từ 1 đến 5, m là số nguyên từ 1 đến 5, R' là nhóm C₁-C₄ alkyl, β là số nguyên từ 1 đến 3, và α bằng 1 hoặc 2.

[2]

Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo mục [1], trong đó trong công thức (1), α bằng 1, và Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một có công thức chung (2):

[Công thức hóa học 2]

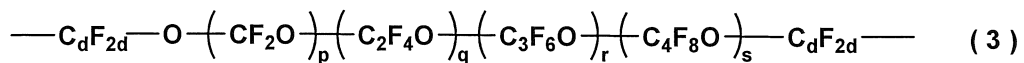


trong đó mỗi p, q, r và s là số nguyên từ 0 đến 200, p+q+r+s là số nguyên từ 3 đến 200, mỗi đơn vị lặp có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh, các đơn vị lặp riêng có thể được sắp xếp một cách ngẫu nhiên, d là số nguyên từ 1 đến 3, và các đơn vị (-C_dF_{2d}-) có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

[3]

Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo mục [1], trong đó trong công thức (1), α bằng 2, và Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị hai có công thức chung (3):

[Công thức hóa học 3]



trong đó mỗi p, q, r và s là số nguyên từ 0 đến 200, p+q+r+s là số nguyên từ 3 đến 200, mỗi đơn vị lặp có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh, các đơn vị lặp riêng có thể được sắp xếp một cách ngẫu nhiên, d là số nguyên từ 1 đến 3, và các đơn vị (-C_dF_{2d}-) độc lập với nhau là có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

[4]

Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], trong đó trong công thức (1), Y là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm C₃-C₁₀ alkylen, nhóm alkylen chứa C₆-C₈ arylen, nhóm hóa trị hai có các gốc alkylen được liên kết thông qua nguyên tử silic, gốc silylen, cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen, gốc polysiloxan hữu cơ hóa trị hai đến bốn mà là gốc có mạch thẳng chứa 2 đến 10 nguyên tử silic hoặc gốc có mạch nhánh hoặc vòng chứa 3 đến 10 nguyên tử silic, và nhóm hóa trị hai đến bốn có gốc C₂-C₁₀ alkylen được liên kết với nguyên tử silic bằng liên kết theo hóa trị.

[5]

Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó trong công thức (1), Q là -CH₂OCH₂-.

[6]

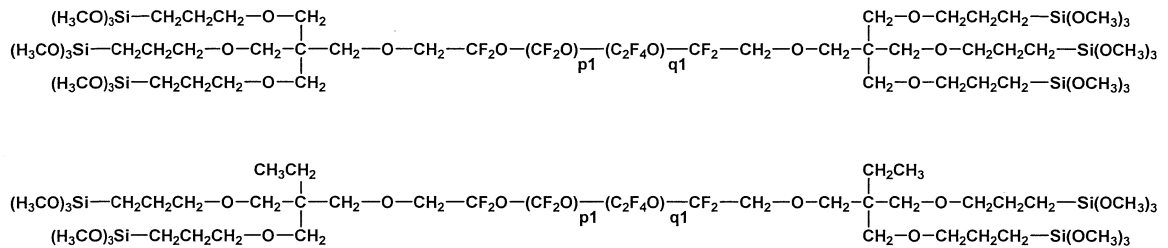
Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [5], trong đó trong công thức (1), mỗi X là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm bao gồm hydroxyl, nhóm C₁-C₁₀ alkoxy, nhóm C₂-C₁₀ alkoxyalkoxy, nhóm C₂-C₁₀ axyloxy, nhóm C₂-C₁₀ alkenyloxy, và halogen.

[7]

Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [6], trong đó silan đã được cải biến bằng polyme có công thức (1) được chọn từ các hợp chất có các công thức sau:

[Công thức hóa học 4]

[Công thức hóa học 5]



trong đó p1 là số nguyên từ 5 đến 100, q1 là số nguyên từ 5 đến 100, và p1+q1 là số nguyên từ 10 đến 105.

[8]

Chế phẩm xử lý bề mặt chứa silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [7] và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó.

[9]

Sản phẩm có lớp phủ đã được hóa rắn của chế phẩm xử lý bề mặt theo mục [8] trên bề mặt của nó.

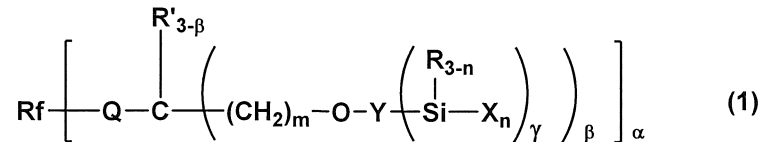
Các ưu điểm của sáng chế

Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo sáng chế được cải thiện về độ dính chặt và sự thấm ướt nền do nhiều nhóm chức phản ứng và nhóm liên kết etc. Sản phẩm có bề mặt đã được xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt chứa silan và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó biểu hiện khả năng kỵ nước/dầu, khả năng chịu mài mòn và khả năng nhìn thấy được cải thiện.

Mô tả chi tiết các phương án thực hiện sáng chế

Sáng chế đề xuất silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức chung (1).

[Công thức hóa học 6]

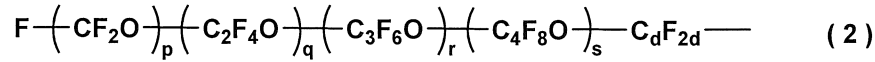


trong đó Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hai, Q là nhóm hydrocacbon hóa trị hai có 2-6 nguyên tử cacbon có thể chứa liên kết ete, Y là nhóm hydrocacbon hóa trị hai đến sáu có thể chứa nguyên tử silic, gốc silylen và/hoặc liên kết siloxan, R độc lập là nhóm C₁-C₄ alkyl, X độc lập là hydroxyl hoặc nhóm dễ thủy phân, n là số nguyên từ 1 đến 3, γ là số nguyên từ 1 đến 5, m là số nguyên từ 1 đến 5, R' là nhóm C₁-C₄ alkyl, β là số nguyên từ 1 đến 3, và α bằng 1 hoặc 2.

Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo sáng chế có cấu trúc mà gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai (Rf) và nhóm silyl dễ thủy phân như nhóm alkoxy-silyl hoặc nhóm silyl chứa hydroxyl (-Si(R)_{3-n}(X)_n) được liên kết thông qua chuỗi hydrocacbon (Q), nhóm ete, và nhóm hydrocacbon hóa trị hai đến sáu (Y) có thể chứa nguyên tử silic, gốc silylen và/hoặc liên kết siloxan, và được đặc trưng bởi việc bao gồm tốt hơn là ít nhất ba nhóm chức phản ứng (X) và nhiều nhóm liên kết ete trong polyme, mà góp phần vào sự cải thiện độ bám dính của nền, khả năng chịu mài mòn, và khả năng nhìn thấy.

Trong trường hợp α=1 trong công thức (1), tốt hơn là Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một (đôi khi dưới đây được gọi là nhóm flooxyalkyl hóa trị một) có công thức chung (2).

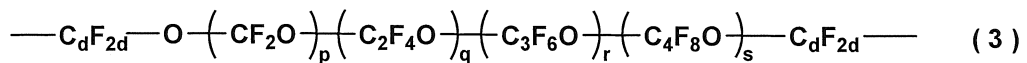
[Công thức hóa học 7]



trong đó mỗi p, q, r và s là số nguyên từ 0 đến 200, p+q+r+s là số nguyên từ 3 đến 200, mỗi đơn vị lặp có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh, các đơn vị lặp riêng có thể được sắp xếp một cách ngẫu nhiên, d là số nguyên từ 1 đến 3, và các đơn vị (-C_dF_{2d}-) có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Trong trường hợp α=2 trong công thức (1), tốt hơn là Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị hai (đôi khi dưới đây được gọi là nhóm flooxyalkylen hóa trị hai) có công thức chung (3).

[Công thức hóa học 8]



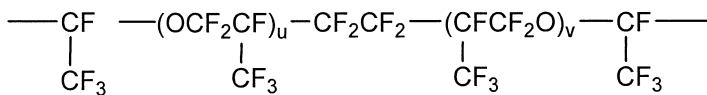
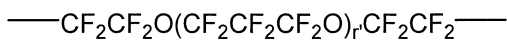
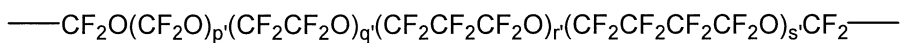
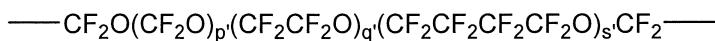
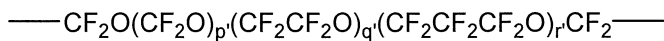
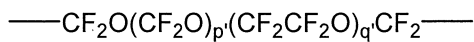
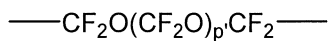
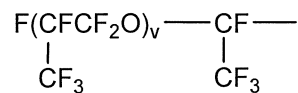
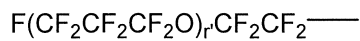
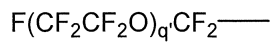
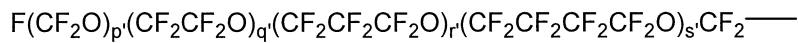
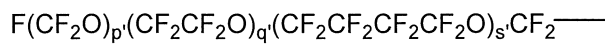
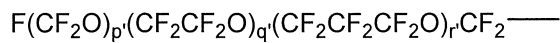
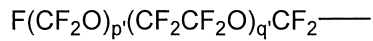
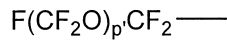
trong đó mỗi p, q, r và s là số nguyên từ 0 đến 200, p+q+r+s là số nguyên từ 3 đến 200, mỗi đơn vị lặp có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh, các đơn vị lặp riêng có thể được sắp xếp một cách ngẫu nhiên, d là số nguyên từ 1 đến 3, và các đơn vị (-C_dF_{2d}-) độc lập với nhau là có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Trong công thức (2) và (3), p, q, r và s độc lập với nhau là số nguyên từ 0 đến 200, tốt hơn nếu p là số nguyên từ 5 đến 100, q là số nguyên từ 5 đến 100, r là số nguyên từ 0 đến 100, và s là số nguyên từ 0 đến 100; p+q+r+s là số nguyên từ 3 đến 200, tốt hơn là từ 10 đến 105; mỗi đơn vị lặp có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và các đơn vị lặp riêng có thể được sắp xếp một cách ngẫu nhiên. Tốt hơn nữa nếu p+q là số nguyên từ 10 đến 105, đặc biệt nếu từ 15 đến 60, và r=s=0. Khi p+q+r+s thấp hơn giới hạn trên, thì mức độ bám dính và hóa rắn được thỏa mãn. Khi p+q+r+s cao hơn giới hạn dưới, thì các đặc điểm của nhóm flopolyete được phát huy hoàn toàn.

Trong công thức (2) và (3), d là số nguyên từ 1 đến 3, tốt hơn là 1 hoặc 2, và các đơn vị (-C_dF_{2d}-) độc lập với nhau có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Các ví dụ về gốc Rf được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 9]



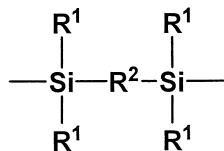
Trong bản mô tả này, mỗi p' , q' , r' và s' là số nguyên ít nhất là bằng 1, với giới hạn trên của chúng là giống như giới hạn trên của p , q , r và s , u là số nguyên từ 1 đến 24, v là số nguyên từ 1 đến 24, và các đơn vị lặp riêng có thể được sắp xếp một cách ngẫu nhiên.

Trong công thức (1), Y là nhóm hydrocacbon có hóa trị hai đến sáu, tốt hơn là có hóa trị hai đến bốn, tốt hơn nữa là có hóa trị hai có thể chứa nguyên tử silic, gốc silylen và/hoặc liên kết siloxan, tạo ra lớp phủ có khả năng chịu mài mòn tuyệt vời do không có nhóm liên kết có năng lượng liên kết thấp trong phân tử.

Các ví dụ về Y bao gồm nhóm C₃-C₁₀ alkylen như propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, metylpropylen), hoặc hexametylen, nhóm alkylen chứa nhóm C₆-C₈ arylen như phenylen (ví dụ, nhóm C₈-C₁₆ alkylen-arylen), nhóm hóa trị hai có các nhóm alkylen được liên kết với nhau thông qua nguyên tử silic, gốc silylen, cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen, gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng, nhánh hoặc vòng, có hóa trị hai đến sáu, chứa 2 đến 10 nguyên tử silic, tốt hơn là 2 đến 5 nguyên tử silic, hoặc nhóm hóa trị hai đến sáu có nhóm C₂-C₁₀ alkylen được liên kết với nguyên tử silic bằng liên kết theo hóa trị; tốt hơn nữa là nhóm C₃-C₁₀ alkylen, nhóm alkylen chứa phenylen, nhóm hóa trị hai có các nhóm alkylen được liên kết với nhau thông qua cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen, gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng, hóa trị hai đến bốn, chứa 2 đến 10 nguyên tử silic hoặc gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc vòng chứa 3 đến 10 nguyên tử silic, hoặc nhóm hóa trị hai đến bốn có nhóm C₂-C₁₀ alkylen được liên kết với nguyên tử silic bằng liên kết theo hóa trị; thậm chí tốt hơn nữa nếu là nhóm C₃-C₆ alkylen.

Các ví dụ về cấu trúc silalkylen và cấu trúc silarylen được thể hiện dưới đây.

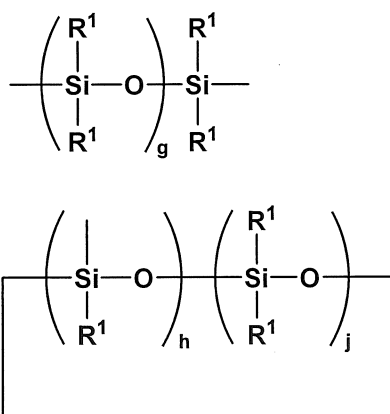
[Công thức hóa học 10]



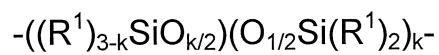
Trong bản mô tả này, R¹ là nhóm C₁-C₄ alkyl như metyl, etyl, propyl hoặc butyl, hoặc nhóm C₆-C₁₀ aryl như phenyl, các nhóm R¹ có thể giống hoặc khác nhau. R² là nhóm C₁-C₄ alkylen như metylen, etylen hoặc propylen (trimetylen hoặc metyletylen), hoặc nhóm C₆-C₁₀ arylen như phenylen.

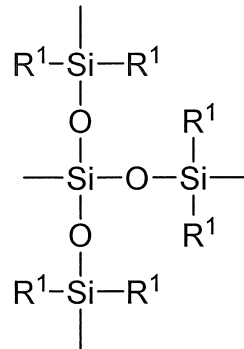
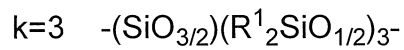
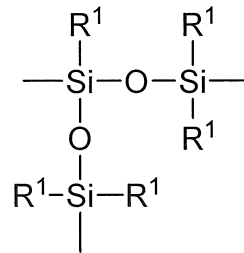
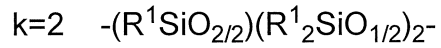
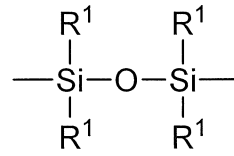
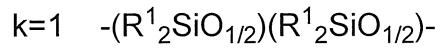
Ngoài ra, các ví dụ về gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng, nhánh hoặc vòng, có hóa trị hai đến sáu, có 2 đến 10 nguyên tử silic, tốt hơn là 2 đến 5 nguyên tử silic được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 11]



[Công thức hóa học 12]

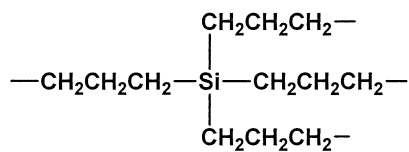
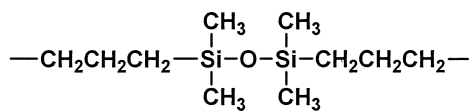
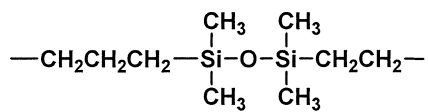
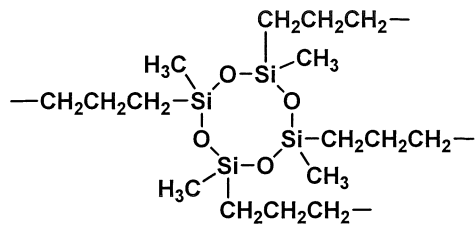
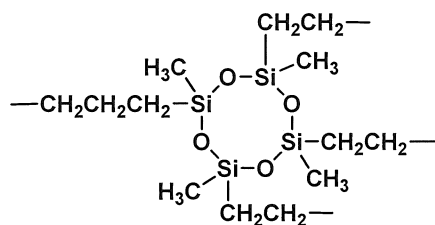
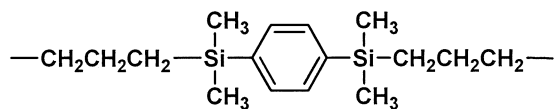
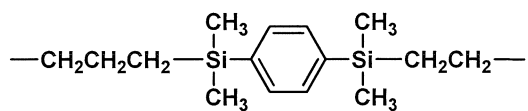
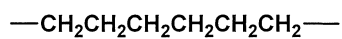
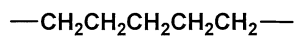
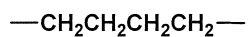
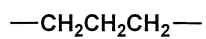




Trong đó R^1 là như được xác định trên đây, g là số nguyên từ 1 đến 9, tốt hơn là từ 1 đến 4, h là số nguyên từ 2 đến 6, tốt hơn là từ 2 đến 4, j là số nguyên từ 0 đến 8, tốt hơn là 0 hoặc 1, $h+j$ là số nguyên từ 3 đến 10, tốt hơn là từ 3 đến 5, và k là số nguyên từ 1 đến 3, tốt hơn là 2 hoặc 3.

Các ví dụ về nhóm Y bao gồm các nhóm sau.

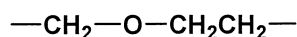
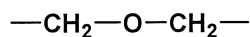
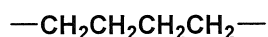
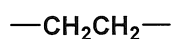
[Công thức hóa học 13]



Trong công thức (1), Q là nhóm hydrocacbon hóa trị hai có 2-6 nguyên tử cacbon, có thể chứa liên kết ete. Các ví dụ về nhóm Q bao gồm các nhóm C₂-C₆ alkylen như etylen, propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, metylpropylen), hexametylen; và các nhóm C₂-C₆ alkylen được tách ra bởi liên kết ete như etylen, propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, metylpropylen), hexametylen, với các nhóm C₂-C₃ alkylen được tách ra bởi liên kết ete là được ưu tiên.

Các ví dụ về nhóm Q bao gồm các nhóm sau.

[Công thức hóa học 14]



Trong công thức (1), X độc lập với nhau là nhóm hydroxyl hoặc nhóm dễ thủy phân. Các ví dụ về nhóm X bao gồm hydroxyl, các nhóm C₁-C₁₀ alkoxy như metoxy, etoxy, propoxy, isopropoxy và butoxy, các nhóm alkoxy được thế bởi C₂-C₁₀ alkoxy như metoxymetoxy và metoxyetoxy, các nhóm C₂-C₁₀ axyloxy như axetoxyl, các nhóm C₂-C₁₀ alkenyloxy như isopropenoxyl, và các nguyên tử halogen như các nguyên tử clo, brom và iot. Không kể những nhóm khác, các nhóm metoxy, etoxy, isopropenoxyl và nguyên tử clo là được ưu tiên.

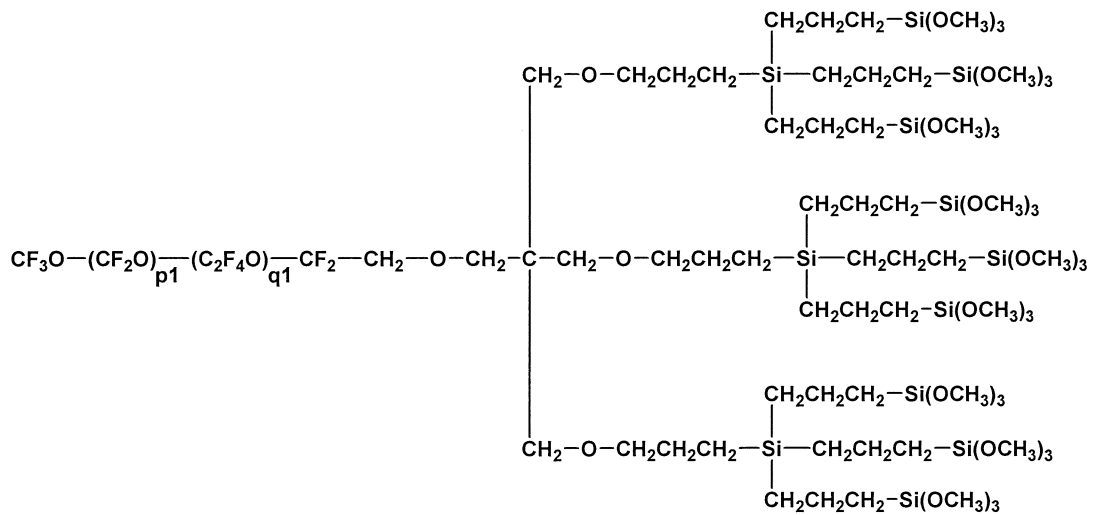
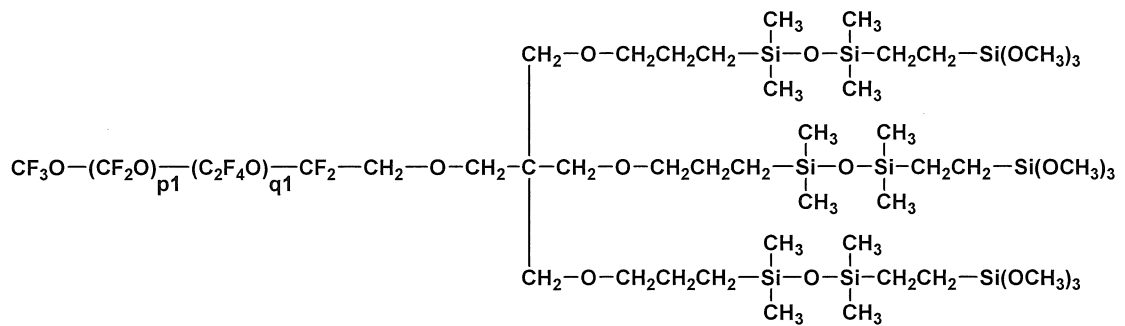
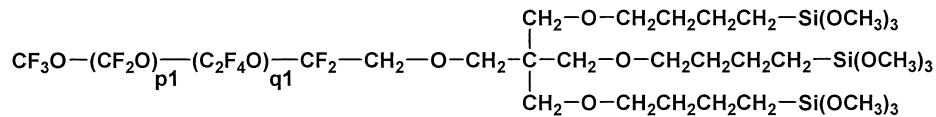
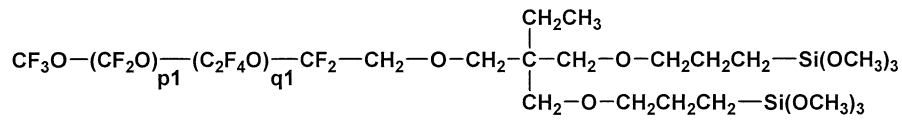
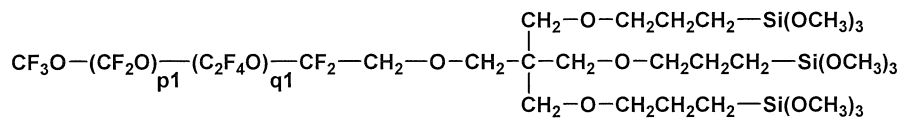
Trong công thức (1), R là nhóm C₁-C₄ alkyl như metyl, etyl, propyl hoặc butyl, với metyl và etyl là được ưu tiên. Chỉ số dưới n là số nguyên từ 1 đến 3, tốt hơn là 2 hoặc 3, n=3 là được ưu tiên hơn xét về mặt khả năng phản ứng và sự bám dính vào nền.

Trong công thức (1), m là số nguyên từ 1 đến 5, tốt hơn là 1 hoặc 2 xét về mặt tính khả dụng của chất phản ứng. Ngoài ra, γ là số nguyên từ 1 đến 5, tốt hơn là số nguyên từ 1 đến 3 xét về mặt dễ tổng hợp và độ ổn định của sản phẩm.

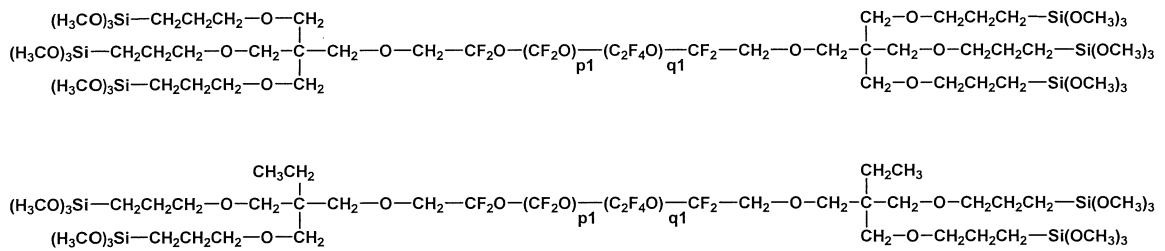
Trong công thức (1), R' là nhóm C₁-C₄ alkyl như metyl, etyl, propyl hoặc butyl, với metyl và etyl là được ưu tiên. Chỉ số dưới β là số nguyên từ 1 đến 3, tốt hơn là 2 hoặc 3 xét về mặt khả năng phản ứng và sự bám dính vào nền.

Các ví dụ về silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) là các hợp chất có công thức được thể hiện dưới đây. Trong mỗi công thức, số lượng lặp lại của các đơn vị lặp ở dạng nhóm flooxyalkyl hoặc flooxyalkylen, cũng được gọi là mức độ polyme hóa, có thể là số tùy ý thoả mãn công thức (2) hoặc (3).

[Công thức hóa học 15]



[Công thức hóa học 16]



Trong đó p_1 là số nguyên từ 5 đến 100, q_1 là số nguyên từ 5 đến 100, p_1+q_1 là số nguyên từ 10 đến 105.

Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=1$ có thể được điều chế, ví dụ, bằng phương pháp sau.

Polyme chứa flooxyalkyl có tốt hơn là ít nhất hai (đặc biệt là hai hoặc ba) vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử được hòa tan trong dung môi như dung môi hóa chất chứa flo, thường là 1,3-bis(triflometyl)benzen, và hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân (thường là nhóm alkoxy như metoxy) trong phân tử như trimetoxysilan được bổ sung vào. Hỗn hợp này được đưa vào phản ứng cộng hợp hydro-silic hóa và được lão hóa với sự có mặt của chất xúc tác hydro-silic hóa, ví dụ, phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan trong toluen, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt hơn nữa là khoảng 80°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 đến 48 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 10 giờ, tốt hơn nữa là khoảng 5 giờ.

Theo cách khác, silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=1$ có thể được điều chế, ví dụ, bằng phương pháp sau.

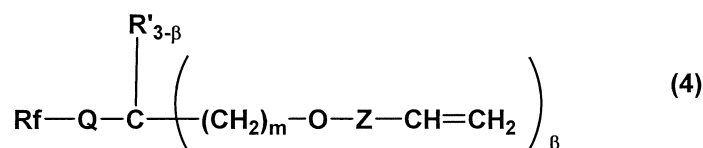
Polyme chứa flooxyalkyl có tốt hơn là ít nhất hai (đặc biệt là hai hoặc ba) vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử được hòa tan trong dung môi như dung môi hóa chất chứa flo, thường là 1,3-bis(triflometyl)benzen, và hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử như triclosilan được bổ sung vào. Hỗn hợp này được đưa vào phản ứng cộng hợp hydro-silic hóa và được lão hóa với sự có mặt của chất xúc tác hydro-silic hóa, ví dụ, phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan trong toluen, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt hơn nữa là khoảng 80°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 đến 48 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến

10 giờ, tốt hơn nữa là khoảng 5 giờ. Sau đó, nhóm thế trên nhóm silyl (thường là nguyên tử clo được gắn kết với silic) được chuyển hóa thành nhóm dễ thủy phân như nhóm alkoxy, thường là metoxy.

Lưu ý rằng hợp chất silic hữu cơ chứa SiH không chứa nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân có thể được sử dụng thay cho hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử. Trong trường hợp này, hợp chất silic hữu cơ chứa ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không chứa nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử có thể được sử dụng làm hợp chất silic hữu cơ. Giống như phương pháp được mô tả trên đây, polyme chứa flooxyalkyl có tốt hơn là ít nhất hai (đặc biệt là hai hoặc ba) vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử và hợp chất silic hữu cơ chứa ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không chứa nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử được đưa vào phản ứng cộng hợp hydro-silic hóa để tạo ra sản phẩm phản ứng (hợp chất trung gian) có tốt hơn là ít nhất hai (đặc biệt là hai hoặc ba) nhóm SiH dư ở một đầu của mạch phân tử, sau đó, sản phẩm phản ứng (hợp chất trung gian) có nhóm SiH dư này ở đầu của polyme và hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử, như alyltrimetoxysilan lại được đưa vào phản ứng cộng hợp hydro-silic hóa và được lão hóa với sự có mặt của chất xúc tác hydro-silic hóa, ví dụ, phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan trong toluen, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt hơn nữa là khoảng 80°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 đến 48 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 10 giờ, tốt hơn nữa là khoảng 5 giờ.

Ví dụ về polyme chứa flooxyalkyl có vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử là polyme chứa flooxyalkyl có công thức chung (4).

[Công thức hóa học 17]

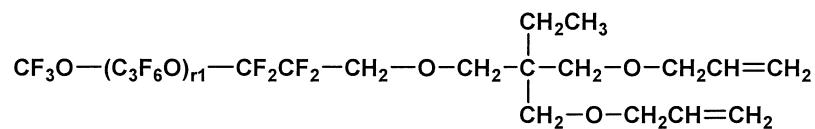
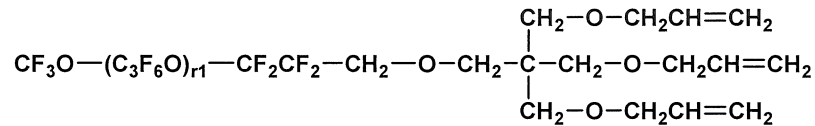


Trong đó, Rf, R', Q, m, và β là như được xác định trên đây, và Z là nhóm hydrocacbon hóa trị hai.

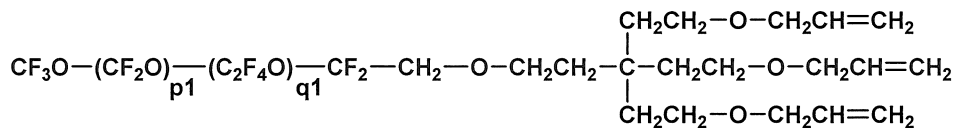
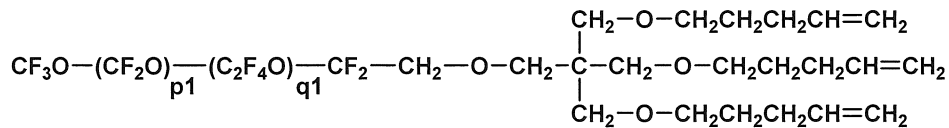
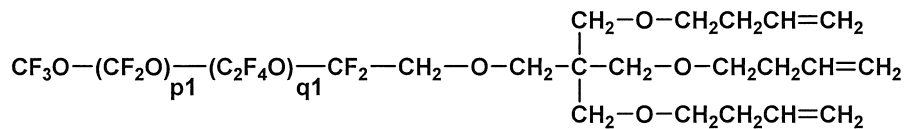
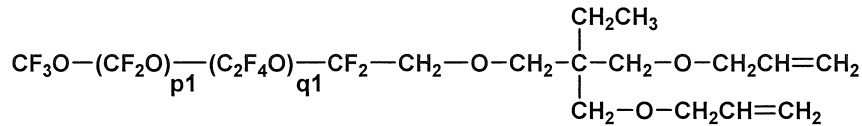
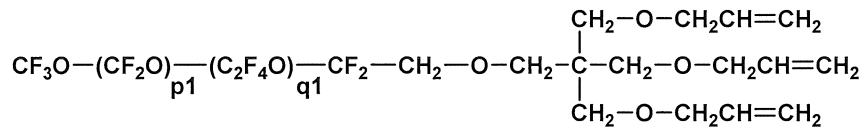
Trong công thức (4), Z là nhóm hydrocacbon hóa trị hai, tốt hơn là nhóm hydrocacbon hóa trị hai có 1 đến 8 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu có 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Các ví dụ bao gồm các nhóm C₁-C₈ alkylen như metylen, etylen, propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, metylpropylen), hexametylen, và octametylen, và các nhóm alkylen chứa C₆-C₈ arylen (ví dụ, phenylen) như các nhóm C₇-C₈ alkylen-arylen. Tốt hơn nếu Z là nhóm C₁-C₄ alkylen mạch thẳng.

Các ví dụ được ưu tiên về polyme chứa flooxyalkyl có công thức (4) là hợp chất có các công thức được thể hiện dưới đây. Trong mỗi công thức, số lượng lặp lại của các đơn vị lặp ở dạng nhóm flooxyalkyl, cũng được gọi là mức độ polyme hóa, có thể là số tùy ý thoả mãn công thức (2) đại diện của Rf.

[Công thức hóa học 18]



[Công thức hóa học 19]

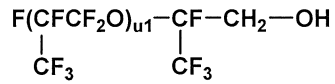
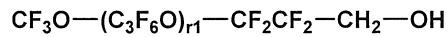
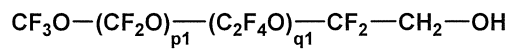


Trong đó, r1 là số nguyên từ 1 đến 100, p1, q1, và p1+q1 là như được xác định trên đây.

Phương pháp điều chế polyme chứa flooxyalkyl có công thức (4) là, ví dụ, bằng cách kết hợp polyme chứa flooxyalkyl có nhóm hydroxyl ở một đầu của mạch phân tử với tác nhân cung cấp olefin, và lão hóa chúng với sự có mặt của bazơ, tùy ý chất phụ gia và dung môi, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 90°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 80°C, và tốt hơn nữa là khoảng 60°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 đến 40 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 30 giờ, và tốt hơn nữa là khoảng 20 giờ.

Các ví dụ về polyme chứa flooxyalkyl có nhóm hydroxyl ở một đầu của mạch phân tử, như được sử dụng trong quá trình điều chế polyme chứa flooxyalkyl có công thức (4) là các hợp chất được thể hiện dưới đây.

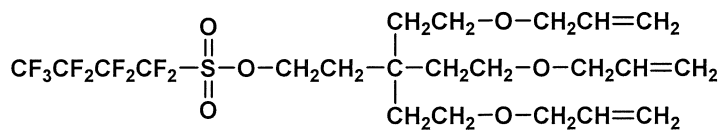
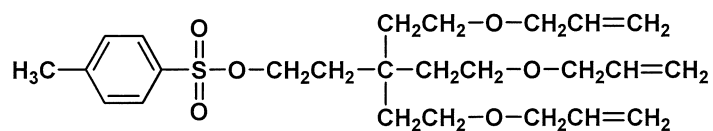
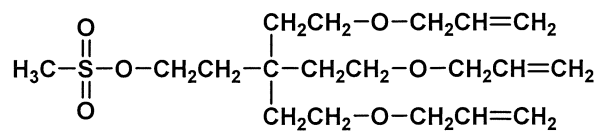
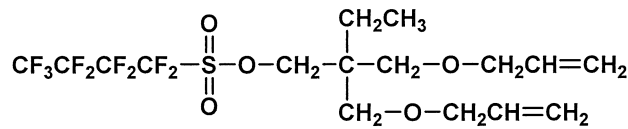
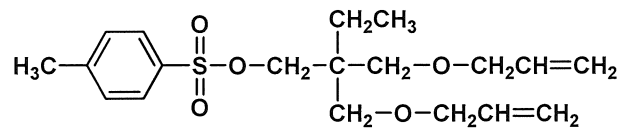
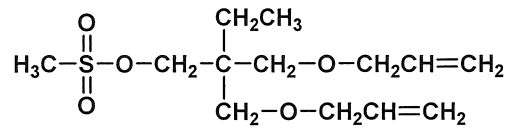
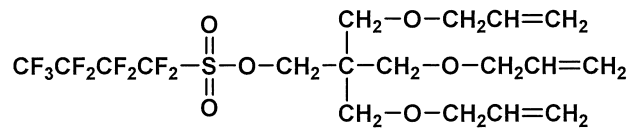
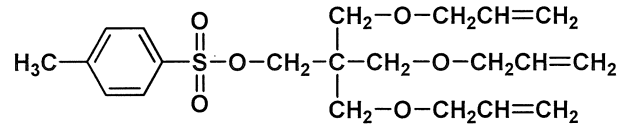
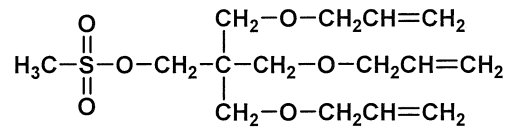
[Công thức hóa học 20]



Trong đó, $u1$ là số nguyên từ 1 đến 24, $r1$, $p1$, $q1$, và $p1+q1$ là như được xác định trên đây.

Các ví dụ về tác nhân cung cấp olefin được dùng trong quá trình điều chế polyme chứa flooxyalkyl có công thức (4) bao gồm các hợp chất có tốt hơn là ít nhất hai (đặc biệt là hai hoặc ba) vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử và gốc sulfonat: $-\text{S}(=\text{O})_2\text{O}-$ ở đầu còn lại, như được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 21]



Tác nhân cung cấp olefin có thể được điều chế bằng phương pháp bất kỳ đã biết.

Tác nhân cung cấp olefin có thể được sử dụng với lượng sao cho cung cấp 1 đến 5 đương lượng, tốt hơn là 1 đến 3 đương lượng, tốt hơn nữa là khoảng 1,5 đương lượng gốc sulfonat trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng có tính phản ứng (nhóm hydroxyl đầu tận cùng) trên polyme chứa flooxyalkyl có nhóm hydroxyl ở một đầu của mạch phân tử.

Các ví dụ về bazơ được sử dụng trong quá trình điều chế polyme chứa flooxyalkyl có công thức (4) bao gồm các amin và các bazơ kim loại kiềm. Cụ thể, các amin thích hợp bao gồm trietylamin, diisopropyletylamin, pyridin, DBU và imidazol. Các bazơ kim loại kiềm thích hợp bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, natri hydrua, kali hydrua, alkyl lithi, t-butoxykali, lithi diisopropylamit, lithi bis(trimetylsilyl)amit, natri bis(trimetylsilyl)amit, và kali bis(trimetylsilyl)amit.

Bazơ có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 20 đương lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 15 đương lượng, tốt hơn nữa là khoảng 9 đương lượng trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng có tính phản ứng trên polyme chứa flooxyalkyl có nhóm hydroxyl ở một đầu của mạch phân tử.

Trong quá trình điều chế polyme chứa flooxyalkyl có công thức (4), chất phụ gia để tăng cường khả năng phản ứng hoặc có chức năng như chất xúc tác chuyển pha có thể được sử dụng, ví dụ, tetrabutylamoni halogenua và halogenua của kim loại kiềm. Các ví dụ minh họa về chất phụ gia bao gồm tetrabutylamoni clorua, tetrabutylamoni bromua, tetrabutylamoni iodua, tetrabutylamoni hydrosulfat, natri iodua, kali iodua, xesi iodua và các ete vòng hoa. Các chất phụ gia này trải qua sự trao đổi halogen xúc tác với tác nhân cung cấp olefin trong hệ phản ứng để tăng cường khả năng phản ứng, và các ete vòng hoa phối trí với kim loại để tăng cường khả năng phản ứng.

Chất phụ gia có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,005 đến 0,2 đương lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,15 đương lượng, và tốt hơn nữa là khoảng 0,1 đương lượng trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng có tính phản ứng trên polyme chứa flooxyalkyl có nhóm hydroxyl ở một đầu của mạch phân tử.

Dung môi có thể được sử dụng trong quá trình điều chế polyme chứa flooxyalkyl có công thức (4). Dung môi được dùng trong bản mô tả này là dung môi hóa chất chứa flo bao gồm các dung môi hydrocacbon thơm được flo hóa như các dung môi 1,3-bis(triflometyl)benzen và triflometylbenzen; hydrofloete (HFE) (3M, tên thương mại: Novec series), như 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decaflo-3-metoxi-2-(triflometyl)pentan, và các dung môi perflo được cấu thành từ các hợp chất được perflo hóa (3M, tên thương mại: Fluorinert). Các dung môi hữu cơ cũng hữu ích, ví dụ, dimetylformamit, dimetylaxetamit, dimetyl sulfoxit, axetonitril, và THF. Nước cũng có thể được sử dụng.

Khi được sử dụng, dung môi có thể được dùng với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 300 phần, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 150 phần, và tốt hơn nữa là khoảng 50 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng của polyme chứa flooxyalkyl có nhóm hydroxyl ở một đầu của mạch phân tử.

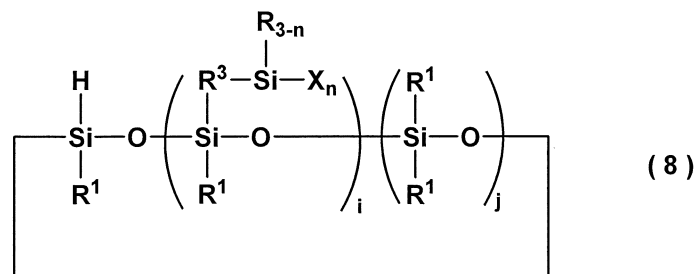
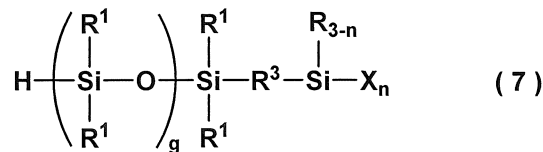
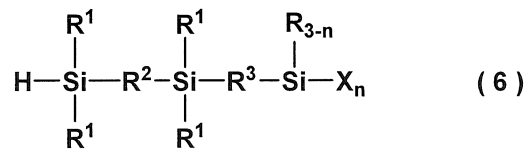
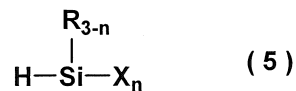
Tiếp theo, phản ứng được dừng lại. Lớp nước và lớp dung môi hóa chất chứa flo được tách ra bằng thao tác tách. Lớp dung môi hóa chất chứa flo còn được rửa bằng dung môi hữu cơ trước khi dung môi này được chưng cất, thu được polyme chứa flooxyalkyl có công thức (4).

Phương pháp điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=1$ sử dụng dung môi, tốt hơn là dung môi hóa chất chứa flo. Các dung môi hóa chất chứa flo thích hợp bao gồm các dung môi 1,3-bis(triflometyl)benzen và triflometylbenzen, hydrofloete (HFE) (3M, tên thương mại: Novec series) như metyl nonaflobutyl ete, metyl nonafloisobutyl ete, etyl nonaflobutyl ete, etyl nonafloisobutyl ete và 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decaflo-3-metoxi-2-(triflometyl)pentan, và các dung môi perflo được cấu thành từ các hợp chất được perflo hóa (3M, tên thương mại: Fluorinert series).

Dung môi có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 300 phần, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 150 phần, và tốt hơn nữa là khoảng 100 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng của polyme chứa flooxyalkyl có vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử.

Hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử được dùng trong quá trình điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=1$ tốt hơn là được chọn từ các hợp chất có các công thức chung từ (5) đến (8).

[Công thức hóa học 22]



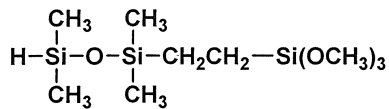
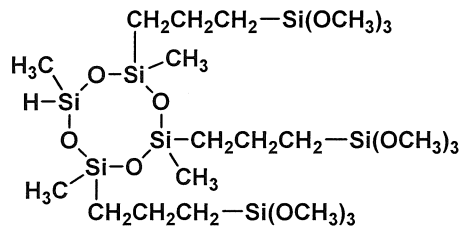
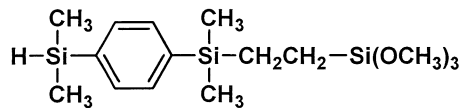
Trong đó, R, X, n, R^1 , R^2 , g và j là như được xác định trên đây, R^3 là nhóm hydrocarbon hóa trị hai có 2-8 nguyên tử cacbon, i là số nguyên từ 1 đến 5, tốt hơn là từ 1 đến 3, và $i+j$ là số nguyên từ 2 đến 9, tốt hơn là từ 2 đến 4.

R^3 là nhóm hydrocarbon hóa trị hai có 2-8 nguyên tử cacbon, tốt hơn là có 2-3 nguyên tử cacbon, các ví dụ về nhóm này bao gồm các nhóm alkylen như metylen, etylen, propylen (trimetylen hoặc metyletylen), butylen (tetrametylen hoặc metylpropylen), hexametylen và octametylen, các nhóm arylen như phenylen, và tổ hợp của hai hoặc nhiều nhóm nêu trên như các nhóm alkylen-arylen. Không kể

những nhóm khác, etylen và trimetylen là được ưu tiên.

Các ví dụ về hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử bao gồm trimetoxysilan, trietoxysilan, tripropoxysilan, triisopropoxysilan, tributoxysilan, triisopropenoxysilan, triaxetoxysilan, triclosilan, tribromosilan, và triiodosilan cũng như các silan có các công thức sau.

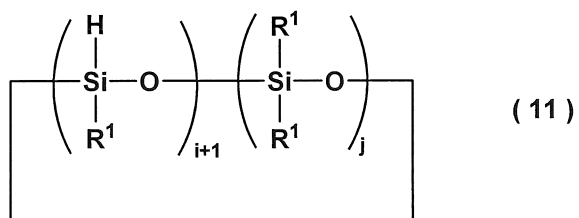
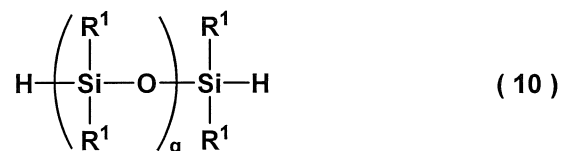
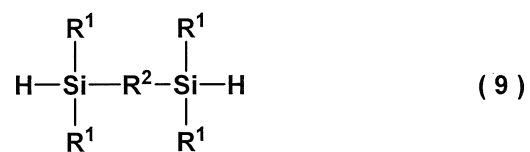
[Công thức hóa học 23]



Trong phản ứng của polyme chứa flooxyalkyl có vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử với hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử để điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=1$, hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 3 đương lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 2,5 đương lượng, và tốt hơn nữa là khoảng 2 đương lượng trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng có tính phản ứng trên polyme chứa flooxyalkyl có vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử.

Hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử được dùng trong quá trình điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=1$ tốt hơn là được chọn từ các hợp chất có các công thức chung từ (9) đến (11).

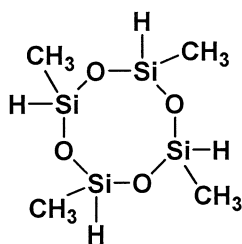
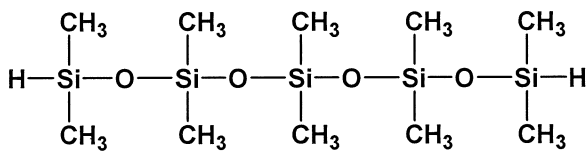
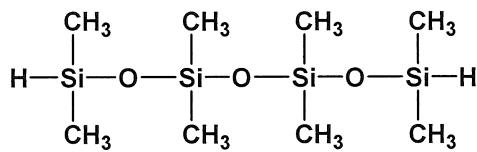
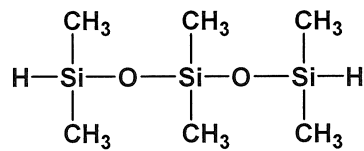
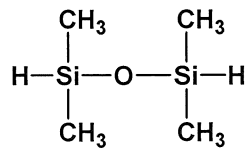
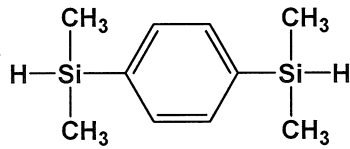
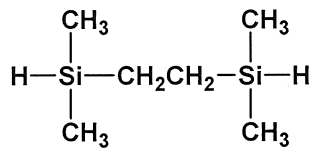
[Công thức hóa học 24]



Trong đó, R^1 , R^2 , g , j , i , và $i+j$ là như được xác định trên đây.

Các ví dụ về hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH , nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 25]

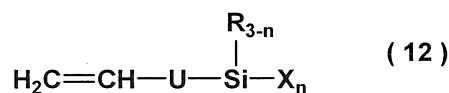


Trong phản ứng của polyme chứa flooxyalkyl có vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử để điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=1$, hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 7 đến 30 đương lượng,

tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 20 đương lượng, và tốt hơn nữa là khoảng 15 đương lượng trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng có tính phản ứng trên polyme chứa flooxyalkyl có vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử.

Hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử được dùng trong quá trình điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=1$ tốt hơn là hợp chất có công thức chung (12).

[Công thức hóa học 26]



Trong đó, R, X và n là như được xác định trên đây. U là liên kết đơn hoặc nhóm hydrocacbon hóa trị hai có 1-6 nguyên tử cacbon.

Trong công thức (12), U là liên kết đơn hoặc nhóm hydrocacbon hóa trị hai có 1-6 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về nhóm hydrocacbon hóa trị hai có 1-6 nguyên tử cacbon bao gồm các nhóm alkylen như metylen, etylen, propylen (trimetylen hoặc metyletylen), butylen (tetrametylen hoặc metylpropylen) và hexametylen, và nhóm phenylen. Tốt hơn nếu U là liên kết đơn hoặc metylen.

Trong phản ứng của sản phẩm phản ứng giữa polyme chứa flooxyalkyl có vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử và hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử với hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử để điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=1$, hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 3 đến 9 đương lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 7 đương lượng, và tốt hơn nữa là khoảng 6 đương lượng trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng có tính phản ứng trên sản phẩm phản ứng giữa polyme chứa flooxyalkyl có vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử và hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử.

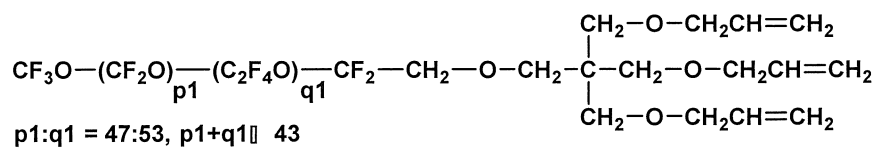
Điền hình về chất xúc tác hydro-silic hóa được sử dụng trong quá trình điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=1$ là các chất xúc tác trên cơ sở kim loại chứa nhóm platin bao gồm platin đen, axit cloplatinic, axit cloplatinic đã được cải biến bằng rượu, các phức hợp của axit cloplatinic với olefin, aldehyt, vinylsiloxan, và rượu axetylen, tetrakis(triphenylphosphin)paladi, và clotris(triphenylphosphin)rodi. Không kể những hợp chất khác, các hợp chất platin như các hợp chất phối trí vinylsiloxan là được ưu tiên.

Chất xúc tác hydro-silic hóa tốt hơn là được sử dụng với lượng để cung cấp 0,1 đến 100 ppm, tốt hơn nữa là 1 đến 50 ppm kim loại chuyển tiếp tính theo khối lượng polyme chứa flooxyalkyl có vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử hoặc sản phẩm phản ứng giữa polyme này và hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử.

Sau đó, dung môi và các chất không phản ứng được chưng cất trong chân không, thu được hợp chất đích.

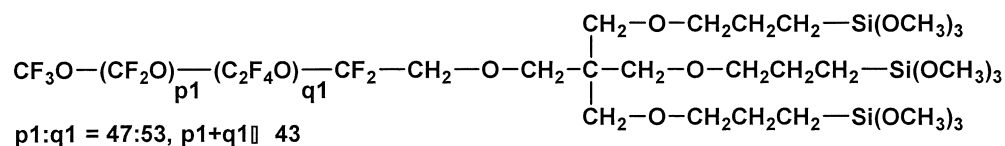
Ví dụ, khi polyme chứa flooxyalkyl có vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử là hợp chất có công thức:

[Công thức hóa học 27]



và hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử là trimetoxysilan, thì thu được hợp chất có công thức sau.

[Công thức hóa học 28]



Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=2$ có thể được điều chế, ví dụ, bằng các phương pháp sau.

Polyme chứa flooxyalkylen có tốt hơn là ít nhất hai (đặc biệt là hai hoặc ba) vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử được hòa tan trong dung môi, thường là dung môi hóa chất chứa flo như 1,3-bis(triflometyl)benzen, và hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử như trimetoxysilan được bổ sung vào. Hỗn hợp này được đưa vào phản ứng cộng hợp hydro-silic hóa và được lão hóa với sự có mặt của chất xúc tác hydro-silic hóa như dung dịch toluen chứa phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, và tốt hơn nữa là khoảng 80°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 đến 48 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 10 giờ, và tốt hơn nữa là khoảng 5 giờ.

Theo cách khác, silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=2$ có thể được điều chế, ví dụ, bằng phương pháp sau.

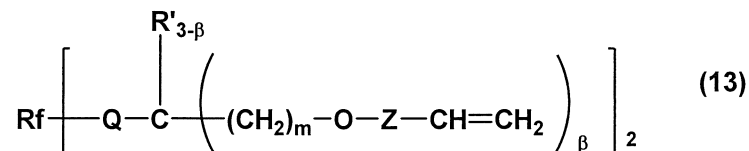
Polyme chứa flooxyalkylen có tốt hơn là ít nhất hai (đặc biệt là hai hoặc ba) vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử được hòa tan trong dung môi như dung môi hóa chất chứa flo, thường là 1,3-bis(triflometyl)benzen, và hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử như triclosilan được bổ sung vào. Hỗn hợp này được đưa vào phản ứng cộng hợp hydro-silic hóa và được lão hóa với sự có mặt của chất xúc tác hydro-silic hóa, ví dụ, phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan trong toluen, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt hơn nữa là khoảng 80°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 đến 48 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 10 giờ, tốt hơn nữa là khoảng 5 giờ. Sau đó, nhóm thế trên nhóm silyl được chuyển hóa thành nhóm metoxy, chẳng hạn.

Hợp chất silic hữu cơ chứa SiH, không chứa nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân cũng có thể được sử dụng thay cho hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử. Trong trường hợp này, hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân được sử dụng. Ngay khi hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có

nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân được đưa vào phản ứng cộng hợp hydro-silic hóa với polyme chứa flooxyalkylen có tốt hơn là ít nhất hai (đặc biệt là hai hoặc ba) vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử như trong phương pháp nêu trên để tạo ra sản phẩm phản ứng có tốt hơn là ít nhất hai (đặc biệt là hai hoặc ba) nhóm SiH dư ở mỗi đầu của mạch phân tử, hỗn hợp gồm sản phẩm phản ứng (hợp chất trung gian) có ít nhất hai (đặc biệt là hai hoặc ba) nhóm SiH dư ở các đầu của polyme và hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử như alyltrimetoxysilan được đưa vào phản ứng cộng hợp hydro-silic hóa một lần nữa và được lão hóa với sự có mặt của chất xúc tác hydro-silic hóa như dung dịch toluen chứa phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, và tốt hơn nữa là khoảng 80°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 đến 48 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 10 giờ, và tốt hơn nữa là khoảng 5 giờ.

Polyme chứa flooxyalkylen có vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử thường là polyme chứa flooxyalkylen có công thức chung (13).

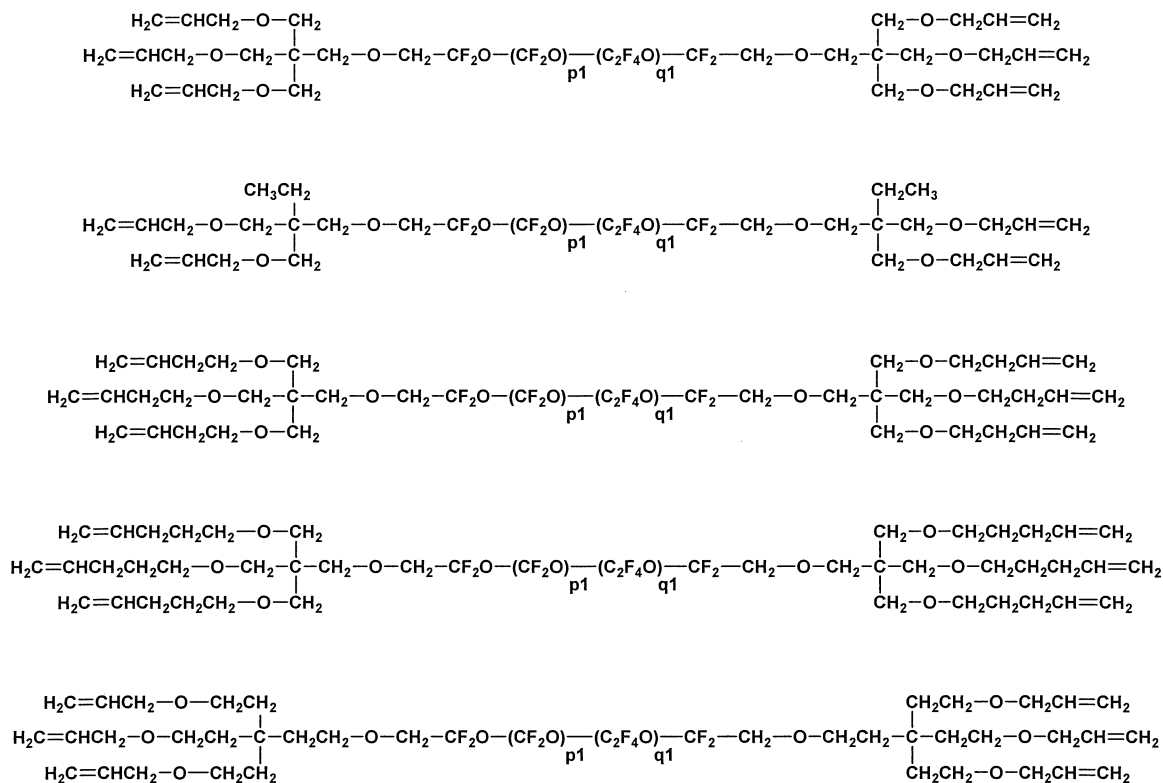
[Công thức hóa học 29]



Trong đó, Rf, R', Q, m, Z, và β là như được xác định trên đây.

Các ví dụ được ưu tiên về polyme chứa flooxyalkylen có công thức (13) được thể hiện dưới đây. Trong mỗi công thức, số lượng lặp lại của các đơn vị lặp ở dạng nhóm flooxyalkylen, cũng được gọi là mức độ polyme hóa, có thể là số tùy ý thoả mãn công thức (3) đại diện của Rf.

[Công thức hóa học 30]

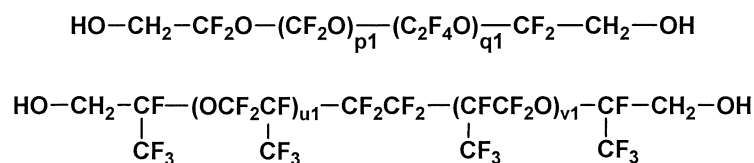


Trong đó, p1, q1 và p1+q1 là như được xác định trên đây.

Polyme chứa flooxyalkylen có công thức (13) có thể được điều chế, ví dụ, bằng cách kết hợp polyme chứa flooxyalkylen có nhóm hydroxyl ở mỗi đầu của mạch phân tử với tác nhân cung cấp olefin, và lão hóa hỗn hợp này với sự có mặt của bazơ và tùy ý chất phụ gia và dung môi ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 90°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 80°C, và tốt hơn nữa là khoảng 60°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 1 đến 40 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 30 giờ, và tốt hơn nữa là khoảng 20 giờ.

Các ví dụ về polyme chứa flooxyalkylen có nhóm hydroxyl ở mỗi đầu của mạch phân tử được dùng trong quá trình điều chế polyme chứa flooxyalkylen có công thức (13) được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 31]



Trong đó, v_1 là số nguyên từ 1 đến 24, u_1 , p_1 , q_1 , và p_1+q_1 là như được xác định trên đây

Các ví dụ về tác nhân cung cấp olefin được dùng trong quá trình điều chế polyme chứa flooxyalkylen có công thức (13) bao gồm các hợp chất có tốt hơn là ít nhất hai (đặc biệt là hai hoặc ba) vị trí olefin ở một đầu của mạch phân tử và gốc sulfonat: $-S(=O)_2O-$ ở đầu còn lại, như được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 32]

Tác nhân cung cấp olefin có thể được điều chế bằng phương pháp bất kỳ đã biết.

Tác nhân cung cấp olefin có thể được sử dụng với lượng sao cho cung cấp 1 đến 5 đương lượng, tốt hơn là 1 đến 3 đương lượng, tốt hơn nữa là khoảng 1,5 đương lượng gốc sulfonat trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng có tính phản ứng (nhóm hydroxyl đầu tận cùng) trên polyme chứa flooxyalkylen có nhóm hydroxyl ở mỗi đầu của mạch phân tử.

Các ví dụ về bazơ được sử dụng trong quá trình điều chế polyme chứa flooxyalkylen có công thức (13) bao gồm các amin và các bazơ kim loại kiềm. Cụ thể, các amin thích hợp bao gồm trietylamin, diisopropyletylamin, pyridin, DBU và imidazol. Các bazơ kim loại kiềm thích hợp bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, natri hydrua, kali hydrua, alkyl lithi, t-butoxykali, lithi diisopropylamit, lithi bis(trimetylsilyl)amit, natri bis(trimetylsilyl)amit, và kali bis(trimetylsilyl)amit.

Bazơ có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 20 đương lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 15 đương lượng, tốt hơn nữa là khoảng 9 đương lượng trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng có tính phản ứng trên polyme chứa flooxyalkylen có nhóm hydroxyl ở mỗi đầu của mạch phân tử.

Trong quá trình điều chế polyme chứa flooxyalkylen có công thức (13), chất phụ gia để tăng cường khả năng phản ứng hoặc có chức năng như chất xúc tác chuyển pha có thể được sử dụng, ví dụ, tetrabutylamoni halogenua và halogenua của kim loại kiềm. Các ví dụ minh họa về chất phụ gia bao gồm tetrabutylamoni clorua, tetrabutylamoni bromua, tetrabutylamoni iodua, tetrabutylamoni hydrosulfat, natri iodua, kali iodua, xesi iodua và các ete vòng hoa. Các chất phụ gia này trải qua sự trao đổi halogen xúc tác với tác nhân cung cấp olefin trong hệ phản ứng để tăng cường khả năng phản ứng, và các ete vòng hoa phối trí với kim loại để tăng cường khả năng phản ứng.

Chất phụ gia có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,005 đến 0,2 đương lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,15 đương lượng, và tốt hơn nữa là khoảng 0,1 đương lượng trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng

có tính phản ứng trên polyme chứa flooxyalkylen có nhóm hydroxyl ở mỗi đầu của mạch phân tử.

Dung môi có thể được sử dụng trong quá trình điều chế polyme chứa flooxyalkylen có công thức (13). Mặc dù dung môi là không cần thiết, các dung môi thích hợp được sử dụng trong bản mô tả này là các dung môi hóa chất chứa flo bao gồm các dung môi hydrocacbon thơm được flo hóa như các dung môi 1,3-bis(triflometyl)benzen và triflometylbenzen, hydrofloete (HFE) (3M, tên thương mại: Novec series), như 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decaflo-3-metoxi-2-(triflometyl)pentan, và các dung môi perflo được cấu thành từ các hợp chất được perflo hóa (3M, tên thương mại: Fluorinert). Các dung môi hữu cơ cũng hữu ích, ví dụ, dimetylformamit, dimetylaxetamit, dimetyl sulfoxit, axetonitril, và THF. Nước cũng có thể được sử dụng.

Khi được sử dụng, dung môi có thể được dùng với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 300 phần, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 150 phần, và tốt hơn nữa là khoảng 50 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng của polyme chứa flooxyalkylen có nhóm hydroxyl ở mỗi đầu của mạch phân tử.

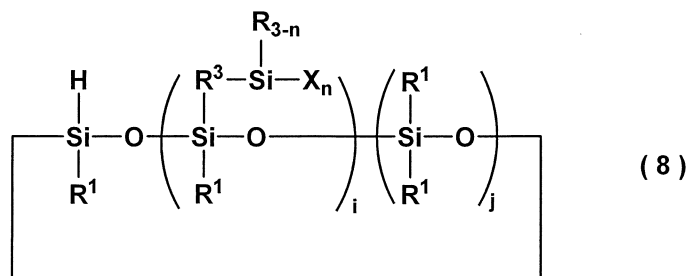
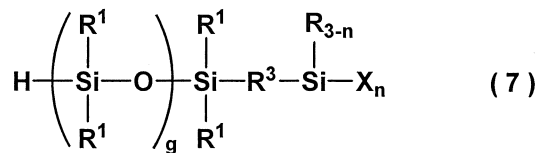
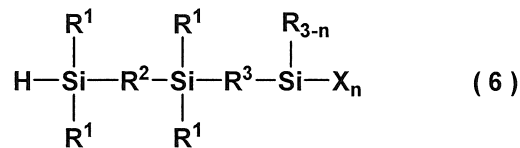
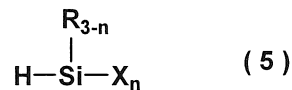
Tiếp theo, phản ứng được dừng lại. Lớp nước và lớp dung môi hóa chất chứa flo được tách ra bằng thao tác tách. Lớp dung môi hóa chất chứa flo còn được rửa bằng dung môi hữu cơ trước khi dung môi này được chưng cất, thu được polyme chứa flooxyalkylen có công thức (13).

Phương pháp điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=2$ sử dụng dung môi, tốt hơn là dung môi hóa chất chứa flo. Các dung môi hóa chất chứa flo thích hợp bao gồm các dung môi 1,3-bis(triflometyl)benzen và triflometylbenzen, hydrofloete (HFE) (3M, tên thương mại: Novec series) như metyl nonaflobutyl ete, metyl nonafloisobutyl ete, etyl nonaflobutyl ete, etyl nonafloisobutyl ete và 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decaflo-3-metoxi-2-(triflometyl)pentan, và các dung môi perflo được cấu thành từ các hợp chất được perflo hóa (3M, tên thương mại: Fluorinert series).

Dung môi này có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 300 phần, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 150 phần, và tốt hơn nữa là khoảng 100 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng của polyme chứa flooxyalkylen có vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử.

Hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử được dùng trong quá trình điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=2$ tốt hơn là được chọn từ các hợp chất có công thức chung từ (5) đến (8).

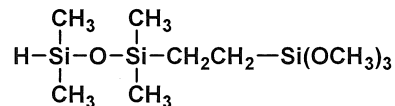
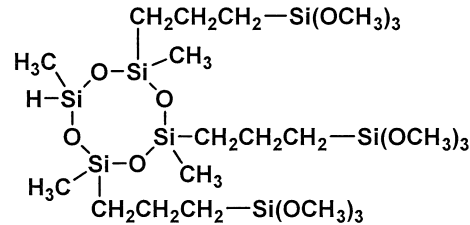
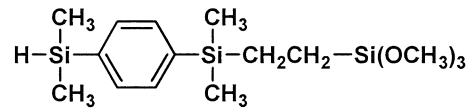
[Công thức hóa học 33]



Trong đó, R, X, n, R^1 , R^2 , R^3 , g, i, j và $i+j$ là như được xác định trên đây.

Các ví dụ về hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử bao gồm trimetoxysilan, trietoxysilan, tripropoxysilan, triisopropoxysilan, tributoxysilan, triisopropenoxysilan, triaxetoxysilan, triclosilan, tribromosilan, và triiodosilan cũng như các silan có các công thức sau.

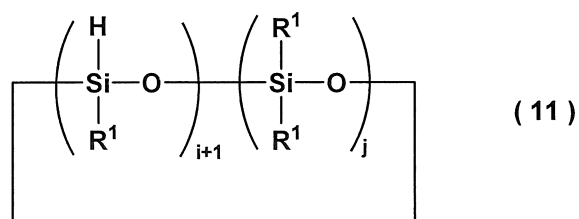
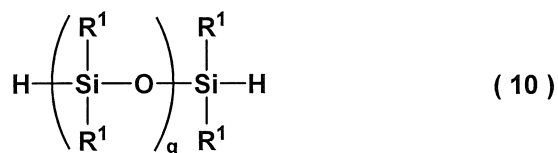
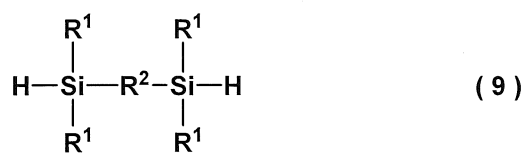
[Công thức hóa học 34]



Trong phản ứng của polyme chứa flooxyalkylen có vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử với hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử để điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=2$, hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 3 đương lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 2,5 đương lượng, và tốt hơn nữa là khoảng 2 đương lượng trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng có tính phản ứng trên polyme chứa flooxyalkylen có vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử.

Hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử được dùng trong quá trình điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=2$ tốt hơn là được chọn từ các hợp chất có công thức chung (9) đến (11).

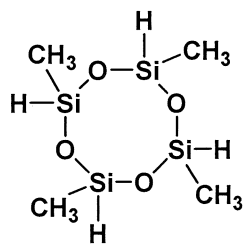
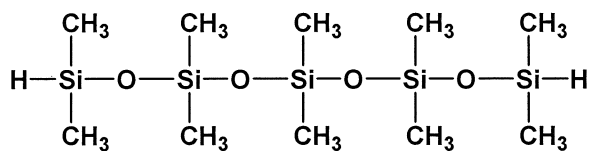
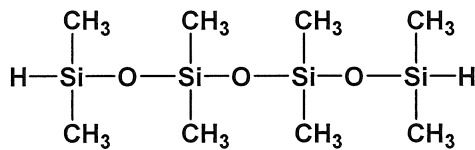
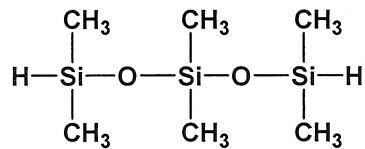
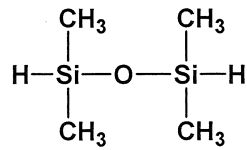
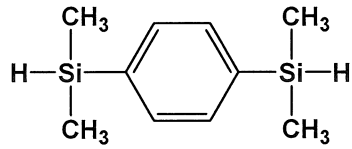
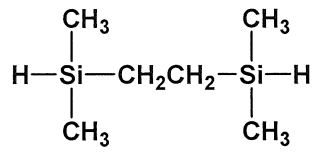
[Công thức hóa học 35]



Trong đó, R^1 , R^2 , g , j , i , và $i+j$ là như được xác định trên đây.

Các ví dụ về hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH , nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 36]

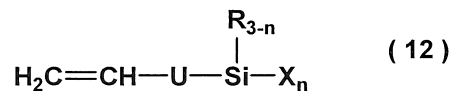


Trong phản ứng của polyme chứa flooxyalkylen có vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử để điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=2$, hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 7 đến 30 đương lượng,

tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 20 đương lượng, và tốt hơn nữa là khoảng 15 đương lượng trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng có tính phản ứng trên polyme chứa flooxyalkylen có vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử.

Hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử được sử dụng trong quá trình điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=2$ tốt hơn là hợp chất có công thức chung (12).

[Công thức hóa học 37]



Trong đó, R, X, U và n là như được xác định trên đây.

Trong phản ứng của sản phẩm phản ứng giữa polyme chứa flooxyalkylen có vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử và hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử với hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử để điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=2$, hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử có thể được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 3 đến 9 đương lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 7 đương lượng, và tốt hơn nữa là khoảng 6 đương lượng trên mỗi đương lượng của nhóm đầu tận cùng có tính phản ứng trên sản phẩm phản ứng giữa polyme chứa flooxyalkylen có vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử và hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử.

Điển hình về chất xúc tác hydro-silic hóa được sử dụng trong quá trình điều chế silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=2$ là các chất xúc tác trên cơ sở kim loại chứa nhóm platin bao gồm platin đen, axit cloplatinic, axit cloplatinic đã được cải biến bằng rượu, các phức hợp của axit cloplatinic với olefin, aldehyt, vinylsiloxan, và rượu axetylen, tetrakis(triphenylphosphin)paladi, và clotris(triphenylphosphin)rodi. Không kể

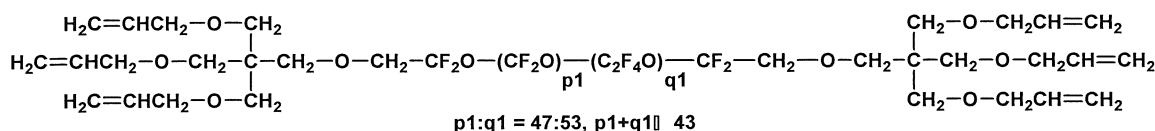
những hợp chất khác, các hợp chất platin như các hợp chất phối trí vinylsiloxan là được ưu tiên.

Chất xúc tác hydro-silic hóa tốt hơn là được sử dụng với lượng để cung cấp 0,1 đến 100 ppm, tốt hơn nữa là 1 đến 50 ppm kim loại chuyển tiếp tính theo khối lượng polyme chứa flooxyalkylen có vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử hoặc sản phẩm phản ứng giữa polyme này và hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH, nhưng không có nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân.

Sau đó, dung môi và các chất không phản ứng được chưng cất trong chân không, thu được hợp chất đích.

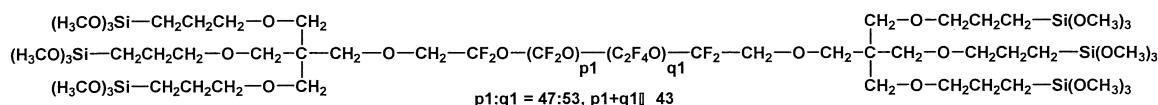
Ví dụ, khi polyme chứa flooxyalkylen có vị trí olefin ở mỗi đầu của mạch phân tử là hợp chất có công thức:

[Công thức hóa học 38]



và hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trong phân tử là trimetoxysilan, thì thu được hợp chất có công thức sau.

[Công thức hóa học 39]



Một phương án khác theo sáng chế là chế phẩm xử lý bề mặt chứa silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete được xác định trên đây. Chế phẩm xử lý bề mặt này cũng có thể chứa sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete mà thu được bằng cách ngưng tụ nhóm hydroxyl trên silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete hoặc nhóm hydroxyl thu được từ sự thủy phân một phần của nhóm đầu tận cùng dễ thủy phân trên silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo cách đã biết.

Chất xúc tác sự ngưng tụ thủy phân có thể được bổ sung vào chế phẩm xử lý bề mặt nếu cần. Các chất xúc tác sự ngưng tụ thủy phân thích hợp bao gồm các hợp chất hữu cơ-thiếc như dibutyltin dimetoxit và dibutyltin dilaurat, các hợp chất hữu cơ-titan như tetra-n-butyl titanat, các axit hữu cơ như axit axetic, axit metansulfonic, và các axit carboxylic được cải biến bằng flo, và các axit vô cơ như axit clohydric và axit sunfuric. Trong số các chất này, axit axetic, tetra-n-butyl titanat, dibutyltin dilaurat, và các axit carboxylic được cải biến bằng flo là đáng mong muốn.

Chất xúc tác sự ngưng tụ thủy phân có thể được bổ sung vào với lượng xúc tác, thường nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5 phần, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng của silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó.

Chế phẩm xử lý bề mặt này có thể còn chứa dung môi. Các dung môi thích hợp bao gồm các dung môi hydrocacbon béo được cải biến bằng flo như perfloheptan và perflooctan; các dung môi hydrocacbon thơm được cải biến bằng flo như 1,3-bis(triflometyl)benzen; các dung môi ete được cải biến bằng flo như metyl perflobutyl ete, etyl perflobutyl ete, và perflo(2-butyltetrahydrofuran); các dung môi alkylamin được cải biến bằng flo như perflotributylamin và perflotripentylamin; các dung môi hydrocacbon như benzin, toluen, và xylen dầu mỏ; các dung môi xeton như axeton, metyl etyl xeton, và metyl isobutyl xeton. Trong số các dung môi này, các dung môi được cải biến bằng flo là đáng mong muốn về mức độ hòa tan và mức độ thấm ướt, với 1,3-bis(triflometyl)benzen, perflo(2-butyltetrahydrofuran), perflotributylamin, và etyl perflobutyl ete là đáng mong muốn hơn.

Các dung môi này có thể được sử dụng trong hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều dung môi, trong khi ưu tiên rằng silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó được hòa tan một cách đồng nhất trong dung môi. Nồng độ tối ưu của silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó trong dung môi thay đổi theo phương thức xử lý cụ thể. Lượng mà dễ cân khối lượng có thể được chọn. Khi tác nhân này được đưa vào trực tiếp, tốt hơn là nồng độ này có

thể nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10 phần khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng dung môi và silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete (và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó) được gộp lại. Khi tác nhân này được đưa vào bằng cách làm bay hơi, tốt hơn là nồng độ này có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 100 phần khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 3 đến 30 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng dung môi và silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete (và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó) được gộp lại.

Chế phẩm xử lý bề mặt có thể được đưa vào nền bằng kỹ thuật đã biết bất kỳ như quét lớp bằng chổi, nhúng, phun và làm bay hơi. Trong trường hợp làm bay hơi, phương thức làm nóng có thể là nung bằng điện trở hoặc làm nóng EB và không bị giới hạn đặc biệt. Nhiệt độ hóa rắn thay đổi theo kỹ thuật hóa rắn cụ thể. Ví dụ, khi tác nhân này được đưa vào một cách trực tiếp (quét lớp bằng chổi, nhúng hoặc phun), các điều kiện được ưu tiên bao gồm nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25 đến 200°C, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 25 đến 80°C và thời gian nằm trong khoảng từ 30 phút đến 36 giờ, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 1 đến 24 giờ. Khi tác nhân này được đưa vào bằng cách làm bay hơi, khoảng nhiệt độ từ 20 đến 200°C là đáng mong muốn. Việc hóa rắn trong điều kiện ẩm cũng chấp nhận được. 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 thích hợp được chọn phụ thuộc vào loại nền. Ngoài ra, trong trường hợp lớp phủ phun, ví dụ, chế phẩm xử lý bề mặt được pha loãng trước bằng dung môi hóa chất chứa flo có nước được bổ sung vào đó, để gây ra sự thủy phân, tức là để tạo ra Si-OH, trước khi phun lớp phủ. Sau đó, sự hóa rắn nhanh sau khi phủ được kỳ vọng.

Nền cần xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt không bị giới hạn đặc biệt, và có thể được làm từ nguyên liệu mong muốn bất kỳ bao gồm giấy, vải, kim loại, oxit kim loại, thủy tinh, chất dẻo, gốm, và thạch anh. Chế phẩm xử lý bề mặt có hiệu quả để tạo ra được nền có khả năng kỵ nước/dầu. Đặc biệt, chế phẩm xử lý bề mặt này được sử dụng một cách có lợi để xử lý thủy tinh và màng mỏng được phủ SiO₂.

Các sản phẩm được ưu tiên có thể được xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt bao gồm hệ điều hướng xe hơi, điện thoại di động, máy ảnh số, máy quay video kỹ thuật số, PDA, máy nghe cầm tay, máy nghe dùng trên xe hơi, bàn giao tiếp trò chơi, mắt kính, ống kính máy ảnh, kính lọc cho ống kính, kính râm, các dụng cụ y học (ví dụ, ống soi dạ dày), máy sao chép, máy tính cá nhân, màn hình tinh thể lỏng, màn hình điện phát quang hữu cơ, màn hình plasma, màn hình cảm ứng, màng bảo vệ, màng chống phản xạ, và các sản phẩm quang học khác. Chế phẩm xử lý bề mặt theo sáng chế có hiệu quả để ngăn ngừa dấu vân tay và bã nhờn khỏi dính vào các sản phẩm và còn mang lại tính chống xước. Do đó, nó đặc biệt hữu ích là lớp kỵ nước/dầu trên màn hình cảm ứng và màng chống phản xạ.

Chế phẩm xử lý bề mặt này được dùng cho lớp phủ chống nhuộm màu trên thiết bị vệ sinh như bồn tắm và chậu rửa; lớp phủ chống nhuộm màu trên kính lắp hoặc thủy tinh gia cường và lắp che đèn pha trong ô tô, tàu hỏa và máy bay; lớp phủ kỵ nước/dầu trên mặt ngoài công trình xây dựng; lớp phủ để ngăn ngừa sự nhiễm bẩn dầu trên đồ dùng nấu bếp; lớp phủ chống nhuộm màu, kỵ dính, chống graffiti trong phòng điện thoại công cộng; lớp phủ chống in dấu vân tay trên các đối tượng mỹ thuật; lớp phủ chống in dấu vân tay trên đĩa CD và DVD; chất loại bỏ nấm mốc; các chất phụ gia trong sơn; và các chất biến đổi nhựa. Tác nhân này cũng có hiệu quả để biến đổi sự chảy và sự phân tán của các chất làm đầy vô cơ, và để cải thiện tính chất trơn của băng và phim.

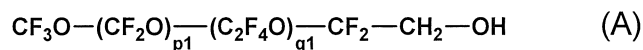
Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ và các 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.

Ví dụ 1

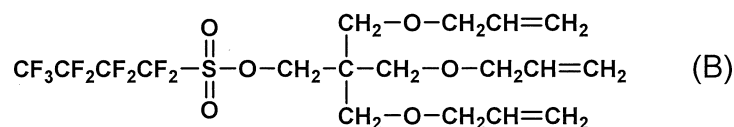
Trong thiết bị phản ứng, $2,9 \times 10^{-2}$ mol hợp chất có công thức (A) sau, $4,3 \times 10^{-2}$ mol hợp chất có công thức (B) sau, và 0,89 g ($2,6 \times 10^{-3}$ mol) tetrabutylamoni hydrosulfat được trộn.

[Công thức hóa học 40]



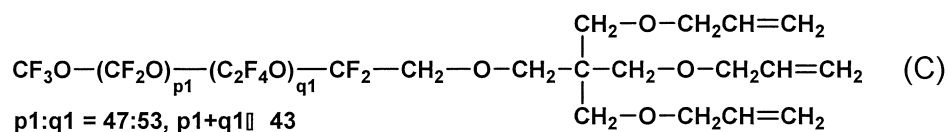
$$p1:q1 = 47:53, p1+q1 \parallel 43$$

[Công thức hóa học 41]



Tiếp theo, 35 g ($2,6 \times 10^{-1}$ mol) dung dịch nước natri hydroxit 30% khối lượng được bổ sung vào hỗn hợp này, rồi được làm nóng ở nhiệt độ 60°C trong 20 giờ. Kết thúc quá trình làm nóng, dung dịch này được để nguội xuống nhiệt độ trong phòng, và nước axit clohydric được bổ sung vào theo từng giọt. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu lại bằng cách tách và được rửa bằng axeton. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu lại một lần nữa, và dung môi dư được chưng cất trong chân không. Quy trình này được lặp lại, thu được 103 g polyme chứa flocopolyete có công thức (C) sau.

[Công thức hóa học 42]



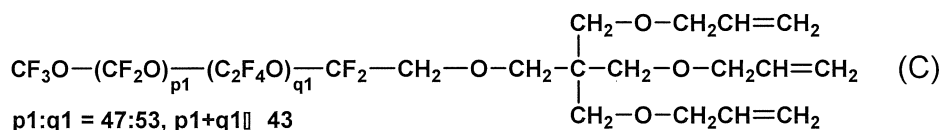
Polyme chứa flocopolyete có công thức (C) được phân tích về cấu trúc phân tử bằng quang phổ NMR, với các kết quả được thể hiện dưới đây.

 $^1\text{H-NMR}$ δ 3,4-3,5 (C-CH₂-O-CH₂CH=CH₂) 6H δ 3,6-3,7 (-CF₂-CH₂-O-CH₂-C) 2H δ 3,7-3,8 (-CF₂-CH₂-O-CH₂-C) 2H δ 3,8-3,9 (C-CH₂-O-CH₂CH=CH₂) 6H δ 5,0-5,2 (C-CH₂-O-CH₂CH=CH₂) 6H

δ 5,7-5,9 (C-CH₂-O-CH₂CH=CH₂) 3H

Trong thiết bị phản ứng, $1,5 \times 10^{-2}$ mol (tương ứng với $4,5 \times 10^{-2}$ mol nhóm alyl ete đầu tận cùng) của hợp chất có công thức (C) được thể hiện dưới đây, 50 g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 11 g ($9,0 \times 10^{-2}$ mol) trimetoxysilan, và $5,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen chứa phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $1,5 \times 10^{-7}$ mol Pt) được trộn.

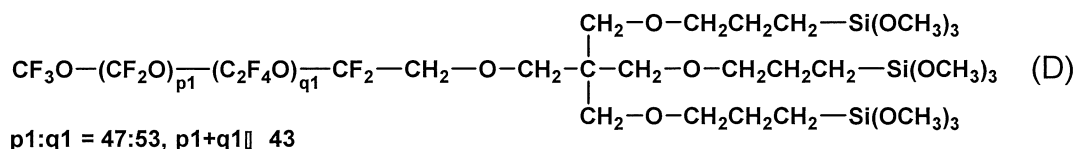
[Công thức hóa học 43]



Dung dịch này được lão hóa ở nhiệt độ 80°C trong 5 giờ. Sau đó, dung môi và chất không phản ứng được chưng cất trong chân không, thu được 55 g sản phẩm lỏng.

Trên phân tích NMR, hợp chất này được xác định là có cấu trúc có công thức (D) sau.

[Công thức hóa học 44]



¹H-NMR

δ 0,4-0,6 (-CH₂CH₂CH₂-Si) 6H

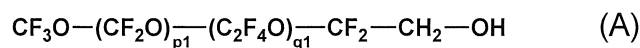
δ 1,4-1,6 (-CH₂CH₂CH₂-Si) 6H

δ 3,1-3,7 (-Si(OCH₃)₃), -CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂-O-CH₂CH₂CH₂-Si, -CF₂-CH₂-O-CH₂-C, -CF₂-CH₂-O-CH₂-C) 43H

Ví dụ 2

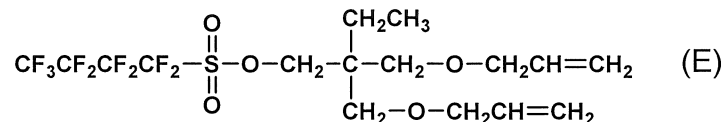
Trong thiết bị phản ứng, $2,9 \times 10^{-2}$ mol hợp chất có công thức (A) sau, $4,3 \times 10^{-2}$ mol hợp chất có công thức (E) sau, và 0,89 g ($2,6 \times 10^{-3}$ mol) tetrabutylamoni hydrosulfat được trộn.

[Công thức hóa học 45]



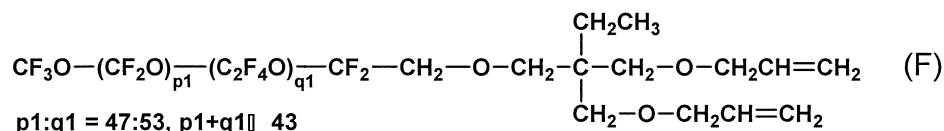
$$p1:q1 = 47:53, p1+q1 \parallel 43$$

[Công thức hóa học 46]



Tiếp theo, 35 g ($2,6 \times 10^{-1}$ mol) dung dịch nước natri hydroxit 30% khối lượng được bổ sung vào hỗn hợp này, rồi được làm nóng ở nhiệt độ 60°C trong 20 giờ. Kết thúc quá trình làm nóng, dung dịch này được để nguội xuống nhiệt độ trong phòng, và nước axit clohydric được bổ sung vào theo từng giọt. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu lại bằng cách tách và được rửa bằng axeton. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu lại một lần nữa, và dung môi dư được chưng cất trong chân không. Quy trình này được lặp lại, thu được 101 g polyme chứa flopolyete có công thức (F) sau.

[Công thức hóa học 47]



Polyme chứa flopolyete có công thức (F) được phân tích về cấu trúc phân tử bằng quang phổ NMR, với các kết quả được thể hiện dưới đây.

^1H -NMR

$$\delta 0,7-0,9 (-\text{CH}_2\text{CH}_3) 3\text{H}$$

$$\delta 1,3-1,5 (-\text{CH}_2\text{CH}_3) 2\text{H}$$

$$\delta 3,2-3,2 (\text{C}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2) 4\text{H}$$

$$\delta 3,4-3,5 (-\text{CF}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}) 2\text{H}$$

$$\delta 3,6-3,7 (-\text{CF}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}) 2\text{H}$$

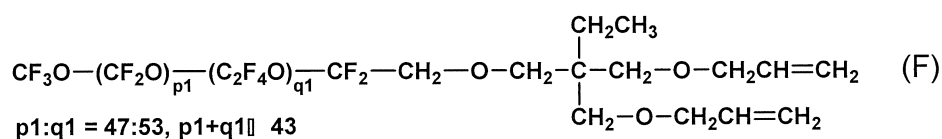
$$\delta 3,8-3,9 (\text{C}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2) 4\text{H}$$

$$\delta 4,9-5,2 (\text{C}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2) 4\text{H}$$

δ 5,7-5,8 (C-CH₂-O-CH₂CH=CH₂) 2H

Trong thiết bị phản ứng, $1,5 \times 10^{-2}$ mol (tương ứng với $3,0 \times 10^{-2}$ mol nhóm allyl ete đầu tận cùng) hợp chất có công thức (F) được thể hiện dưới đây, 50 g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 7,3 g ($6,0 \times 10^{-2}$ mol) trimetoxysilan, và $5,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen chứa phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $1,5 \times 10^{-7}$ mol Pt) được trộn.

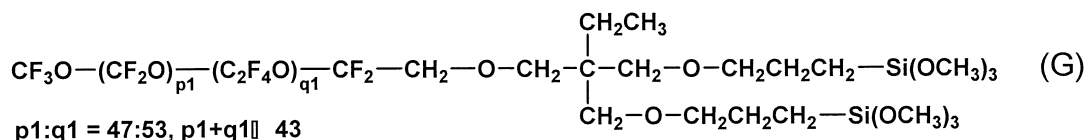
[Công thức hóa học 48]



Dung dịch này được lão hóa ở nhiệt độ 80°C trong 5 giờ. Sau đó, dung môi và chất không phản ứng được chưng cất trong chân không, thu được 52 g sản phẩm lỏng.

Trên phân tích NMR, hợp chất này được xác định là có cấu trúc có công thức (G) sau.

[Công thức hóa học 49]



¹H-NMR

δ 0,4-0,6 (-CH₂CH₂CH₂-Si) 4H

δ 0,6-0,8 (-CH₂CH₃) 3H

δ 1,2-1,4 (-CH₂CH₃) 2H

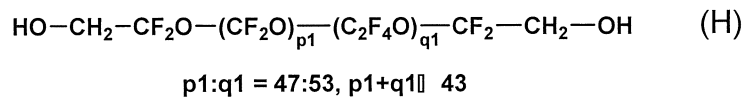
δ 1,5-1,7 (-CH₂CH₂CH₂-Si) 4H

δ 3,1-3,7 (-Si(OCH₃)₃, -CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂-O-CH₂CH₂CH₂-Si, -CF₂-CH₂-O-CH₂-C, -CF₂-CH₂-O-CH₂-C) 30H

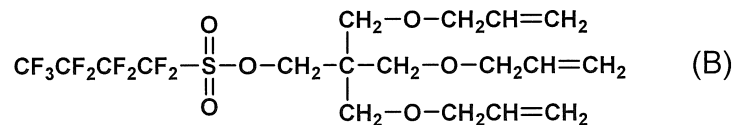
Ví dụ 3

Trong thiết bị phản ứng, $2,7 \times 10^{-2}$ mol (tương ứng với $5,4 \times 10^{-2}$ mol nhóm hydroxyl đầu tận cùng) hợp chất có công thức (H) sau, $8,1 \times 10^{-2}$ mol hợp chất có công thức (B) sau, và 1,7 g ($4,9 \times 10^{-3}$ mol) tetrabutylamoni hydrosulfat được trộn.

[Công thức hóa học 50]

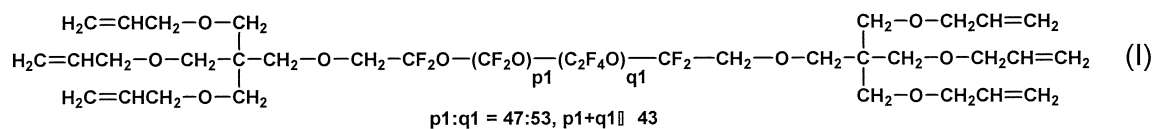


[Công thức hóa học 51]



Tiếp theo, 65 g ($4,9 \times 10^{-1}$ mol) dung dịch nước natri hydroxit 30% khối lượng được bổ sung vào hỗn hợp này, rồi được làm nóng ở nhiệt độ 60°C trong 20 giờ. Kết thúc quá trình làm nóng, dung dịch này được để nguội xuống nhiệt độ trong phòng, và nước axit clohydric được bổ sung vào theo từng giọt. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu lại bằng cách tách và được rửa bằng axeton. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu lại một lần nữa, và dung môi dư được chưng cất trong chân không. Quy trình này được lặp lại, thu được 107 g polyme chứa flopolyete có công thức (I) sau.

[Công thức hóa học 52]



Polyme chứa flopolyete có công thức (I) được phân tích về cấu trúc phân tử bằng quang phổ NMR, với các kết quả được thể hiện dưới đây.

^1H -NMR

δ 3,4-3,5 (C-CH₂-O-CH₂CH=CH₂) 12H

δ 3,6-3,7 (-CF₂-CH₂-O-CH₂-C) 4H

δ 3,7-3,8 (-CF₂-CH₂-O-CH₂-C) 4H

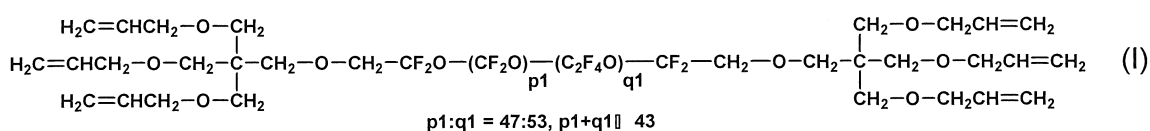
δ 3,8-3,9 (C-CH₂-O-CH₂CH=CH₂) 12H

δ 4,9-5,1 (C-CH₂-O-CH₂CH=CH₂) 12H

δ 5,7-5,9 (C-CH₂-O-CH₂CH=CH₂) 6H

Trong thiết bị phản ứng, $1,33 \times 10^{-2}$ mol (tương ứng với $8,0 \times 10^{-2}$ mol nhóm alyl ete đầu tận cùng) hợp chất có công thức (I) được thể hiện dưới đây, 50 g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 20 g ($1,6 \times 10^{-1}$ mol) trimetoxysilan, và $5,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen chứa phức hợp axit cloplatinic/vinylsiloxan (chứa $1,5 \times 10^{-7}$ mol Pt) được trộn.

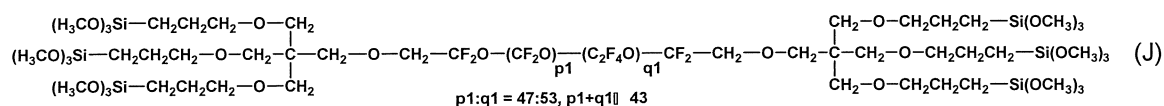
[Công thức hóa học 53]



Dung dịch này được lão hóa ở nhiệt độ 80°C trong 5 giờ. Sau đó, dung môi và chất không phản ứng được chưng cất trong chân không, thu được 60 g sản phẩm lỏng.

Trên phân tích NMR, hợp chất này được xác định là có cấu trúc có công thức (J) sau.

[Công thức hóa học 54]



¹H-NMR

δ 0,4-0,7 (-CH₂CH₂CH₂-Si) 12H

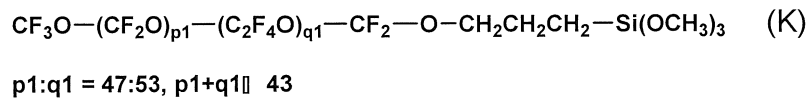
δ 1,4-1,7 (-CH₂CH₂CH₂-Si) 12H

δ 3,1-3,8 (-Si(OCH₃)₃, -CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂-O-CH₂CH₂CH₂-Si, -CF₂-CH₂-O-CH₂-C, -CF₂-CH₂-O-CH₂-C) 86H

Ví dụ so sánh 1

Polyme sau được sử dụng làm ví dụ so sánh 1.

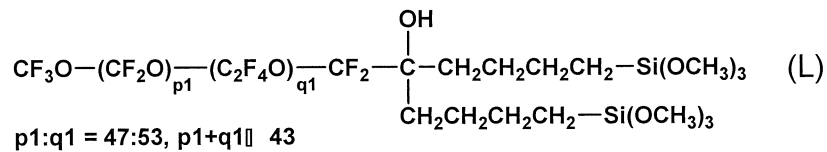
[Công thức hóa học 55]



Ví dụ so sánh 2

Polyme sau được sử dụng làm ví dụ so sánh 2.

[Công thức hóa học 56]



Bào chế chế phẩm xử lý bề mặt và tạo màng đã được hóa rắn

Bằng cách sử dụng các silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete của các ví dụ 1 và 2 được chọn từ các silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete thu được trong các ví dụ 1 đến 3, các chế phẩm xử lý bề mặt được bào chế và được đánh giá như sau. Cụ thể, các chế phẩm xử lý bề mặt được bào chế bằng cách hòa tan các silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete của ví dụ 1 hoặc 2 hoặc các polyme của các ví dụ so sánh 1 và 2 trong dung môi Novec 7200 (etyl perflobutyl ete khoảng 3M) với nồng độ 20% khối lượng.

Lớp phủ màng mỏng

6 mg mỗi chế phẩm xử lý bề mặt được phủ lên trên thủy tinh có bề mặt ngoài cùng đã được xử lý bằng SiO_2 có độ dày 10 nm (Gorilla by Corning) bằng cách làm bay hơi chân không ở áp suất $2,0 \times 10^{-2}$ Pa và nhiệt độ làm nóng là 700°C . Lớp phủ được hóa rắn trong môi trường nhiệt độ 25°C và độ ẩm 40% trong 12 giờ, thu được màng đã được hóa rắn có độ dày 7 nm.

Lớp phủ màng dày

10 mg mỗi chế phẩm xử lý bề mặt được phủ lên trên thủy tinh có bề mặt ngoài cùng đã được xử lý bằng SiO_2 có độ dày 10 nm (Gorilla by Corning) bằng cách làm bay hơi chân không ở áp suất $2,0 \times 10^{-2}$ Pa và nhiệt độ làm nóng là 700°C .

Lớp phủ được hóa rắn trong môi trường nhiệt độ 25°C và độ ẩm 40% trong 12 giờ, thu được màng đã được hóa rắn có độ dày 14 nm.

Đánh giá khả năng kỵ nước

Đánh giá khả năng kỵ nước ban đầu

Bằng cách sử dụng máy đo góc tiếp xúc Drop Master (Kyowa Interface Science Co., Ltd.), màng đã được hóa rắn trên kính bằng cách phủ màng mỏng được đo góc tiếp xúc với nước dưới dạng chỉ số kỵ nước (giọt nước 2 μL , nhiệt độ 25°C, độ ẩm 40%). Các kết quả góc tiếp xúc ban đầu với nước được thể hiện trong bảng 1.

Ban đầu, tất cả các ví dụ và các ví dụ so sánh có khả năng kỵ nước thỏa mãn.

Đánh giá khả năng chịu mài mòn

Bằng cách sử dụng thiết bị kiểm tra chà xát (Shinto Scientific Co., Ltd.), màng đã được hóa rắn trên kính bằng cách phủ màng mỏng (mẫu thử nghiệm khả năng chịu mài mòn) được chà xát 10.000 lần trong các điều kiện sau. Sau khi chà xát, màng đã được hóa rắn được đo như trên về góc tiếp xúc với nước (tính kỵ nước), mà được báo cáo dưới dạng chỉ số khả năng chịu mài mòn. Các điều kiện môi trường của thử nghiệm bao gồm nhiệt độ 25°C và độ ẩm 40%. Các kết quả góc tiếp xúc với nước sau khi mài mòn được thể hiện trong bảng 1.

Khả năng chịu mài mòn bằng bông thép

Bông thép:	Bonstar #0000 (Nihon Steel Wool Co., Ltd.)
Diện tích tiếp xúc:	đường kính 10 mm
Khoảng cách di chuyển (một chiều):	30 mm
Tốc độ di chuyển:	1.800 mm/phút
Lượng tải:	1 kg/cm ²

Các hợp chất của các ví dụ 1 và 2 được cải thiện về khả năng bám dính với nền do chứa nhiều nhóm liên kết ete trong phân tử. Do đó, các màng đã được hóa rắn của các chế phẩm xử lý bề mặt sử dụng các hợp chất của các ví dụ 1 và 2 có khả năng chịu mài mòn nổi trội so với các ví dụ so sánh, như được minh họa bởi góc tiếp xúc lớn hơn 100°.

Đánh giá độ mờ

Màng đã được hóa rắn trên kính bằng cách phủ màng mỏng hoặc phủ màng dày (mẫu thử nghiệm độ mờ) được đo độ mờ bằng máy đo độ mờ NDH-5000 (Nippon Denshoku Co., Ltd.) theo JIS K 7136:2000. Các kết quả độ mờ được thể hiện trong các bảng 1 và 2. Sự đục có thể thấy bằng mắt khi độ mờ là 0,3 hoặc cao hơn. Các mẫu phủ màng mỏng (7 nm) có độ mờ thấp tối đa 0,3 đối với các ví dụ và các ví dụ so sánh bất kỳ. Mặt khác, trong trường hợp phủ màng dày (14 nm), các màng đã được hóa rắn của các chế phẩm xử lý bề mặt sử dụng các hợp chất của các ví dụ 1 và 2 có độ mờ tối đa 0,3, cho thấy sự cải thiện về khả năng nhìn thấy so với các ví dụ so sánh. Điều này là do các hợp chất của các ví dụ 1 và 2 có nhiều nhóm liên kết ete hoặc nhóm phân cực trong phân tử, và được cải thiện sự thấm ướt với nền.

Bảng 1

Các kết quả thử nghiệm của các màng đã được hóa rắn (độ dày 7 nm) bằng cách phủ màng mỏng

	Góc tiếp xúc với nước ban đầu (°)	Góc tiếp xúc với nước sau khi mài mòn (°)	Độ mờ
Ví dụ 1	113	109	0,23
Ví dụ 2	114	106	0,27
Ví dụ so sánh 1	116	88	0,24
Ví dụ so sánh 2	116	94	0,22

Bảng 2

Các kết quả thử nghiệm của các màng đã được hóa rắn (độ dày 14 nm) bằng cách phủ màng dày

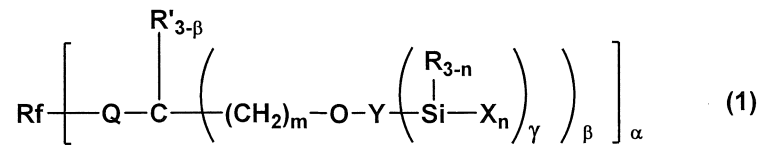
	Độ mờ
Ví dụ 1	0,28
Ví dụ 2	0,26
Ví dụ so sánh 1	0,36
Ví dụ so sánh 2	0,43

YÊU CẦU BẢO HỘ

(Sửa theo patent Nhật)

1. Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete có công thức chung (1):

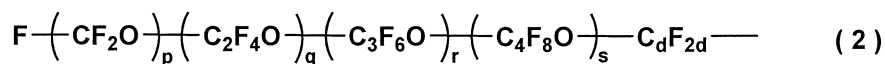
[Công thức hóa học 1]



trong đó Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hai, Q là nhóm hydrocacbon hóa trị hai có 2-5 nguyên tử cacbon có thể chứa liên kết ete, Y là nhóm hydrocacbon hóa trị hai đến sáu có thể chứa nguyên tử silic, gốc silylen và/hoặc liên kết siloxan, R độc lập là nhóm C₁-C₄ alkyl, X độc lập là hydroxyl hoặc nhóm dễ thủy phân, n là số nguyên từ 1 đến 3, γ là số nguyên từ 1 đến 5, m là số nguyên từ 1 đến 5, R' là nhóm C₁-C₄ alkyl, β là số nguyên từ 1 đến 3, và α bằng 1 hoặc 2, với điều kiện β bằng 1 hoặc 2 trong trường hợp Y là nhóm hydrocacbon hóa trị hai không chứa nguyên tử silic, gốc silylen và/hoặc liên kết siloxan và α bằng 1.

2. Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo điểm 1, trong đó trong công thức (1), α bằng 1, và Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một có công thức chung (2):

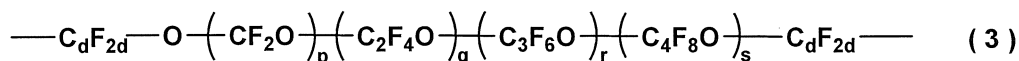
[Công thức hóa học 2]



trong đó mỗi p, q, r và s là số nguyên từ 0 đến 200, p+q+r+s là số nguyên từ 3 đến 200, mỗi đơn vị lặp có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh, các đơn vị lặp riêng có thể được sắp xếp một cách ngẫu nhiên, d là số nguyên từ 1 đến 3, và các đơn vị (-C_dF_{2d}-) có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

3. Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo điểm 1, trong đó trong công thức (1), α bằng 2, và Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị hai có công thức chung (3):

[Công thức hóa học 3]



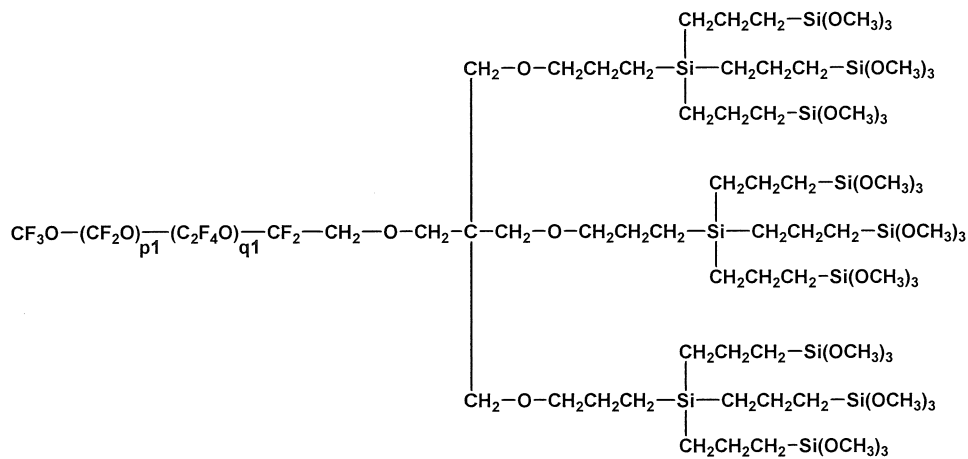
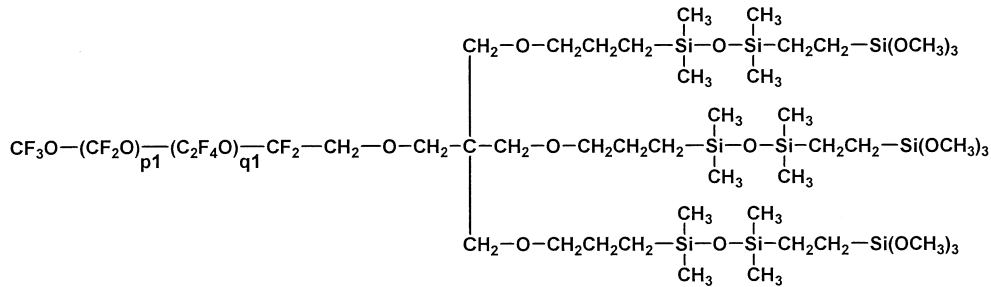
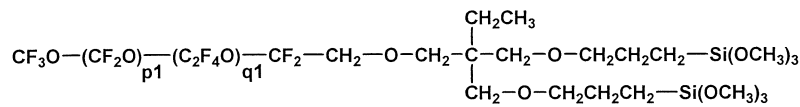
trong đó mỗi p, q, r và s là số nguyên từ 0 đến 200, p+q+r+s là số nguyên từ 3 đến 200, mỗi đơn vị lặp có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh, các đơn vị lặp riêng có thể được sắp xếp một cách ngẫu nhiên, d là số nguyên từ 1 đến 3, và các đơn vị (-C_dF_{2d}-) độc lập với nhau là có thể có mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

4. Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó trong công thức (1), Y là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm C₃-C₁₀ alkylen (với điều kiện β bằng 1 hoặc 2 trong trường hợp $\alpha=1$), nhóm alkylen chứa C₆-C₈ arylen (với điều kiện β bằng 1 hoặc 2 trong trường hợp $\alpha=1$), nhóm hóa trị hai có các gốc alkylen được liên kết thông qua nguyên tử silic, gốc silylen, cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen, gốc polysiloxan hữu cơ hóa trị hai đến bốn mà là gốc có mạch thẳng chứa 2 đến 10 nguyên tử silic hoặc gốc có mạch nhánh hoặc vòng chứa 3 đến 10 nguyên tử silic, và nhóm hóa trị hai đến bốn có gốc C₂-C₁₀ alkylen được liên kết với nguyên tử silic bằng liên kết theo hóa trị.

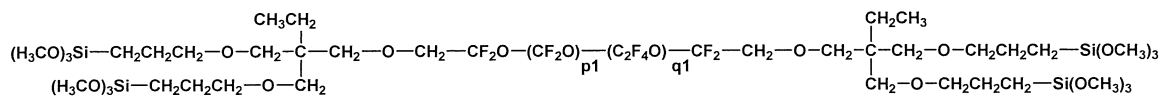
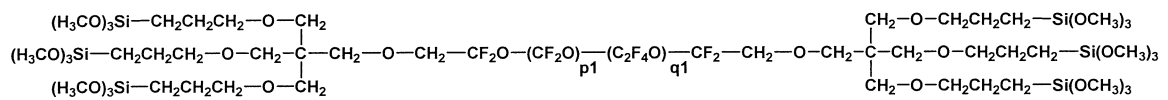
5. Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó Y là nhóm hydrocacbon hóa trị hai có thể chứa nguyên tử silic, gốc silylen và/hoặc liên kết siloxan (với điều kiện β bằng 1 hoặc 2 trong trường hợp Y là nhóm hydrocacbon hóa trị hai không chứa nguyên tử silic, gốc silylen và/hoặc liên kết siloxan và α bằng 1).

6. Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó trong công thức (1), Q là $-\text{CH}_2\text{OCH}_2-$.
7. Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo điểm 6, trong đó trong công thức (1), Q là $-\text{CH}_2\text{OCH}_2-$, và Y là nhóm hydrocacbon hóa trị hai không chứa nguyên tử silic, gốc silylen và/hoặc liên kết siloxan (với điều kiện β bằng 1 hoặc 2 trong trường hợp $\alpha=1$).
8. Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó trong công thức (1), mỗi X là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm bao gồm hydroxyl, nhóm $\text{C}_1\text{-C}_{10}$ alkoxy, nhóm $\text{C}_2\text{-C}_{10}$ alkoxyalkoxy, nhóm $\text{C}_2\text{-C}_{10}$ axyloxy, nhóm $\text{C}_2\text{-C}_{10}$ alkenyloxy, và halogen.
9. Silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 và 8, trong đó silan đã được cải biến bằng polyme có công thức (1) được chọn từ các hợp chất có các công thức sau:

[Công thức hóa học 4]



[Công thức hóa học 5]



trong đó p_1 là số nguyên từ 5 đến 100, q_1 là số nguyên từ 5 đến 100, và p_1+q_1 là số nguyên từ 10 đến 105.

10. Chế phẩm xử lý bề mặt chứa silan đã được cải biến bằng polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9 và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó.

11. Sản phẩm có lớp phủ đã được hóa rắn của chế phẩm xử lý bề mặt theo điểm 10 trên bề mặt của nó.