



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

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

(11)



1-0032843

(51)⁷ C08G 65/48; C07F 9/40

(13) B

(21) 1-2018-01927

(22) 09/09/2016

(86) PCT/JP2016/076646 09/09/2016

(87) WO 2017/061235 A1 13/04/2017

(30) 2015-201257 09/10/2015 JP

(45) 25/08/2022 413

(43) 25/07/2018 364A

(73) Shin-etsu Chemical Co., Ltd. (JP)

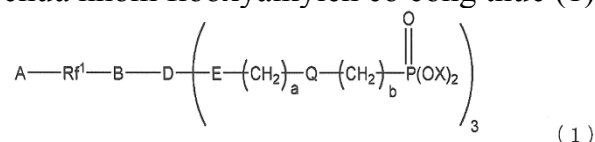
6-1, Ohtemachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-0004, JP

(72) YAMANE, Yuji (JP); SAKOH, Ryusuke (JP); MATSUDA, Takashi (JP).

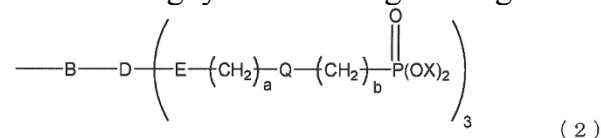
(74) Công ty TNHH T&T INVENMARK Sở hữu trí tuệ Quốc tế (T&T INVENMARK CO., LTD.)

(54) DẪN XUẤT AXIT PHOSPHONIC ĐƯỢC CẢI BIẾN BẰNG POLYME CHỨA NHÓM FLOOXYALKYLEN, CHẤT XỬ LÝ BỀ MẶT CHỨA DẪN XUẤT NÀY VÀ PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ BỀ MẶT SỬ DỤNG CHẤT XỬ LÝ BỀ MẶT NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất có thể tạo thành màng phủ có đặc tính không thấm nước/không thấm dầu, đặc tính ma sát động thấp, đặc tính lau sạch bụi, tính chống dính khuôn, tính chống mòn và bám dính to vật liệu nền vượt trội; chất xử lý bề mặt có độ bền; và phương pháp xử lý bề mặt. Hợp chất này là dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen có công thức (1):



trong đó A là nhóm chứa flo, hoặc nhóm có công thức (2) dưới đây; R^f là nhóm flooxyalkylen; mỗi biến số d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5; mỗi biến số p, q, r, s và t độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 200; B là liên kết đơn, hoặc nhóm liên kết hóa trị hai có cấu trúc alkylen được thế hoặc không được thế ở đầu bất kỳ; D là nguyên tử cacbon hoặc nguyên tử silic; mỗi nhóm E độc lập là nhóm bất kỳ trong số liên kết đơn, nguyên tử oxy và nhóm disiloxan hữu cơ; Q là nhóm liên kết hóa trị hai có nguyên tử silic ở cả hai đầu; mỗi nhóm X độc lập là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl; và mỗi biến số a và b là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 20.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen; chất xử lý bề mặt chứa dẫn xuất này; và phương pháp xử lý bề mặt sử dụng chất xử lý bề mặt này. Cụ thể, sáng chế đề cập đến dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen có khả năng tạo ra một bề mặt được xử lý vượt trội về đặc tính không thấm nước/không thấm dầu và đặc tính xóa sạch dầu vân tay; chất xử lý bề mặt chứa dẫn xuất này; và phương pháp xử lý bề mặt của sản phẩm và sản phẩm quang học chẳng hạn, sử dụng chất xử lý bề mặt này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

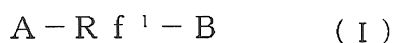
Nói chung, do hợp chất chứa nhóm perflooxyalkylen có năng lượng tự do bề mặt rất thấp, nó có các đặc tính như không thấm nước/không thấm dầu, bền hóa học, trơn, chống dính khuôn và chống bám bẩn. Các đặc tính này được sử dụng theo cách sao cho hợp chất chứa nhóm perflooxyalkylen hiện nay được sử dụng rộng rãi trong chất chống bám bẩn không thấm nước/không thấm dầu dùng cho giấy, sợi và vật liệu tương tự; chất làm trơn cho môi trường ghi từ; chất chống dầu cho các thiết bị đòi hỏi độ chính xác; chất trợ tháo khuôn; nguyên liệu mỹ phẩm; và màng bảo vệ.

Tuy nhiên, các đặc tính này cho thấy rằng hợp chất nêu trên đồng thời là chất không dính và không bám dính với các vật liệu nền khác. Mặc dù hợp chất chứa nhóm perflooxyalkylen có thể được sử dụng lên bề mặt của vật liệu nền, song lớp phủ của nó khó bám trực tiếp vào bề mặt của vật liệu nền.

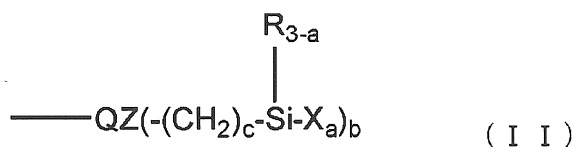
Đồng thời, giống như một nguyên liệu để liên kết hợp chất hữu cơ với bề mặt của vật liệu nền như thủy tinh và vải, đã biết rõ rằng các hợp chất liên kết silan được sử dụng rộng rãi làm chất phủ để sử dụng trên bề mặt của các vật liệu nền khác nhau. Chất

kết hợp silan có nhóm chức năng hữu cơ và nhóm silyl phản ứng (đặc biệt là nhóm silyl có thể thủy phân) trong một phân tử. Nhóm silyl có khả năng thủy phân trải qua phản ứng tự ngưng do nước trong không khí chẳng hạn để tạo thành màng phủ. Màng phủ này trở thành màng phủ có độ bền cao, do nhóm silyl có khả năng thủy phân có thể liên kết hóa học và/hoặc vật lý với bề mặt của thủy tinh và vải.

Theo tài liệu sáng chế 1, silan được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen có công thức (I) dưới đây được đề cập.



Trong công thức (I), Rf^1 là nhóm flooxyalkylen mạch thẳng hóa trị hai có 5 đến 100 đơn vị lặp lại $-C_dF_{2d}O-$ (d là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 6, và có thể thay đổi theo đơn vị lặp lại). Mỗi biến số a và b độc lập là nhóm Rf^2 hoặc nhóm có công thức (II) dưới đây. Rf^2 là nhóm bất kỳ trong số các nhóm F, H và nhóm chứa flo hóa trị một được bịt đầu bằng nhóm $-CF_3$ hoặc nhóm $-CF_2H$. Trong công thức (II) dưới đây, Q là nhóm hữu cơ hóa trị hai; Z là nhóm liên kết có hóa trị hai đến hóa trị bảy có cấu trúc silalkylen hoặc silarylen, nhưng không có liên kết siloxan; R là nhóm alkyl có 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm phenyl; X là nhóm có thể thủy phân; a bằng 2 hoặc 3; b là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 6; và c là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5.



Thủy tinh được xử lý bằng silan chứa nhóm flooxyalkylen này có thể là vật liệu có đặc tính lau sạch bụi và bám dính tốt. Tuy nhiên, silan này khó bám dính trực tiếp với các bề mặt làm bằng vật liệu không phải thủy tinh và silic dioxit (silic oxit).

Gần đây, có nhu cầu ngày càng tăng từ năm này sang năm khác đối với kỹ thuật chống dấu vân tay trên các bề mặt hiển thị và vỏ thiết bị điện tử, và kỹ thuật làm sạch bụi bẩn dễ dàng hơn, nhằm mục đích cải thiện ngoại hình và khả năng hiển thị. Và mong

muốn phát triển vật liệu có thể bám dính với các bề mặt làm bằng vật liệu không phải thủy tinh và silic dioxit (silic oxit).

Ngoài ra, khi các thiết bị điện tử đang chuyển từ loại cố định sang loại di động và từ hệ thống nút bấm sang hệ thống bảng cảm ứng theo phương thức nhập tín hiệu, các thiết bị này thường xuyên được chạm trực tiếp hơn. Do đó, đã có nhiều loại nền khác nhau đòi hỏi xử lý chống vân tay hoặc xử lý để lau sạch bụi bẩn dễ dàng hơn. Để làm các nền này, có thể sử dụng oxit kim loại và nhựa không phải thủy tinh chẳng hạn. Ngoài ra, mong muốn một lớp không thấm nước/không thấm dầu được phủ trên bề mặt màn hình cảm ứng hoặc thiết bị đầu cuối có thể đeo được có hệ số ma sát động thấp có liên quan đến đặc tính phòng chống thiệt hại và đặc tính xóa sạch dấu vân tay. Do đó, cần phát triển một lớp không thấm nước/không thấm dầu có hệ số ma sát động thấp. Ngoài ra, do các thiết bị đầu cuối thường được hoạt động để xóa sạch bụi bẩn trên đó, nên cũng cần tính chống mòn.

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-A-2013-117012

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

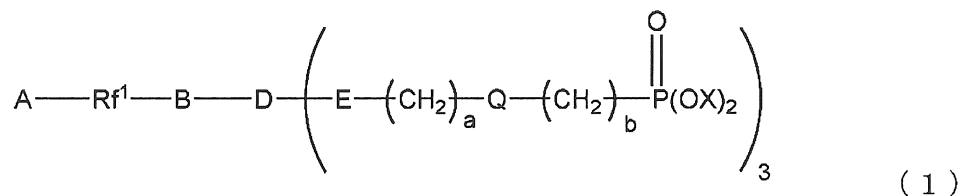
Theo cách này, mục đích của sáng chế là đề xuất dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen có thể tạo thành màng phủ có đặc tính không thấm nước/không thấm dầu, đặc tính ma sát động thấp, đặc tính lau sạch bụi, tính chống dính khuôn, tính chống mòn và độ bám dính với vật liệu nền vượt trội; chất xử lý bề mặt chứa dẫn xuất này và có tính bền trong đó các đặc tính của nó có thể được duy trì trong một khoảng thời gian dài; và phương pháp xử lý, chẳng hạn, bề mặt sản phẩm và sản phẩm quang bằng chất xử lý bề mặt này.

Tác giả sáng chế đã tiến hành nhiều nghiên cứu để giải quyết vấn đề nêu trên và đã hoàn thành sáng chế như sau. Cụ thể là, tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng hợp chất sau đây có cấu trúc mạch chính là polyme chứa nhóm flooxyalkylen, và có ba nhóm axit phosphonic (nhóm muối kim loại kiềm của axit phosphonic và nhóm este của

axit phosphonic) ở (các) đầu của nó có thể bám dính với oxit kim loại, và có đặc tính lau sạch bụi tốt hơn và đặc tính ma sát động thấp; và hợp chất này có thể tạo ra trên oxit kim loại lớp không thấm nước/không thấm dầu có độ bền mài mòn tốt hơn.

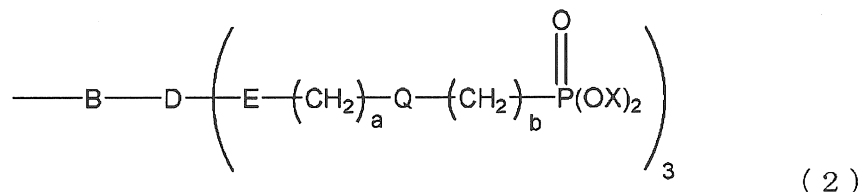
Cụ thể, sáng chế đề xuất các dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen sau đây; chất xử lý bề mặt chứa dẫn xuất này; và phương pháp xử lý bề mặt bao gồm bước xử lý, ví dụ, sản phẩm, sản phẩm quang và bề mặt màn hình cảm ứng bằng chất xử lý bề mặt này. Theo sáng chế, “dẫn xuất axit phosphonic” để chỉ ít nhất một dẫn xuất được chọn từ: axit phosphonic chứa nhóm được cải biến nêu trên; và muối kim loại kiềm, alkyl este, aryl este và trisiyl este hữu cơ của axit phosphonic này.

Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen có công thức (1):



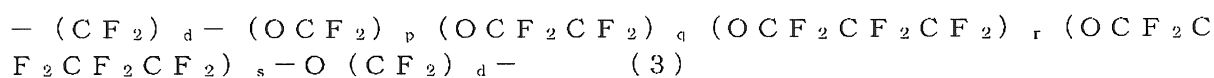
trong đó A là nhóm chứa flo hóa trị một được bịt đầu bằng nhóm $-CF_3$, hoặc nhóm có công thức (2) dưới đây; Rf^1 là nhóm flooxyalkylen có công thức $-(CF_2)_d-(OCF_2)_p(OCF_2CF_2)_q(OCF_2CF_2CF_2)_r(OCF_2CF_2CF_2CF_2)_s(OCF(CF_3)CF_2)_t-O(CF_2)_d-$, trong đó mỗi biến số d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5, mỗi biến số p, q, r, s và t độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 200, với điều kiện $p+q+r+s+t$ nằm trong khoảng từ 3 đến 200, và mỗi đơn vị thể hiện trong dấu ngoặc đơn có thể được liên kết ngẫu nhiên với nhau; B là liên kết đơn, hoặc nhóm liên kết hóa trị hai có cấu trúc alkylen được thế hoặc không được thế ở đầu bất kỳ; D là nguyên tử cacbon hoặc nguyên tử silic; mỗi nhóm E độc lập là nhóm bất kỳ trong số liên kết đơn, nguyên tử oxy và nhóm di siloxan hữu cơ; Q là nhóm liên kết hóa trị hai có nguyên tử silic ở cả hai đầu; mỗi nhóm X độc lập là nguyên tử hydro, nguyên tử kim loại kiềm, nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, nhóm aryl,

hoặc nhóm hóa trị một có công thức J_3Si - (J độc lập là nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm aryl), và mỗi biến số a và b độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 20.



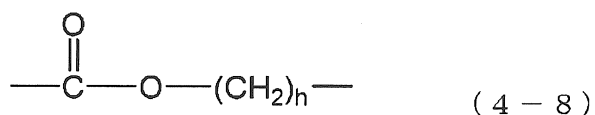
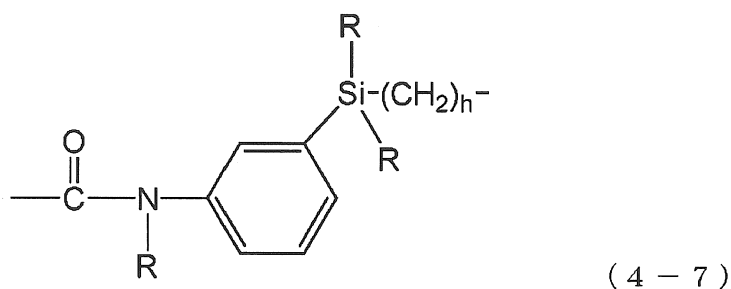
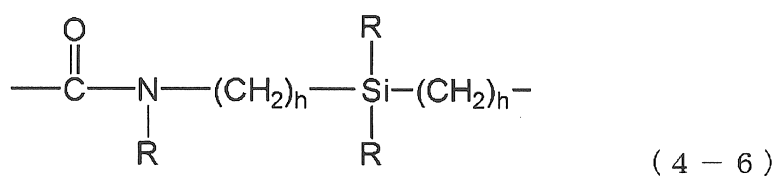
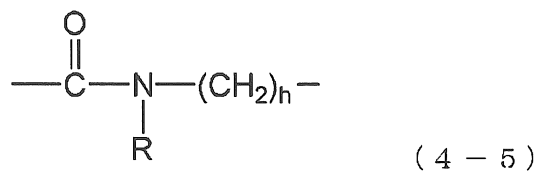
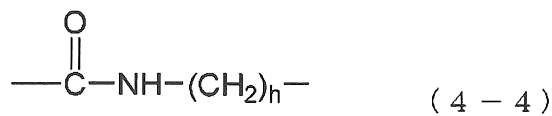
trong đó B, D, E, Q, X, a và b là như được xác định trong công thức (1).

Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo mục [1], trong đó Rf^I là nhóm flooxyalkylen mạch thẳng hóa trị hai có công thức (3):



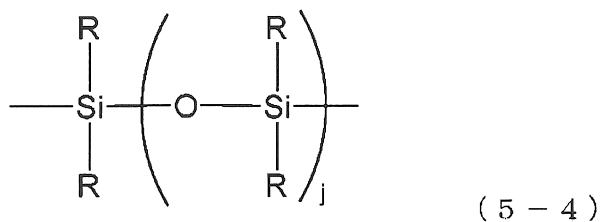
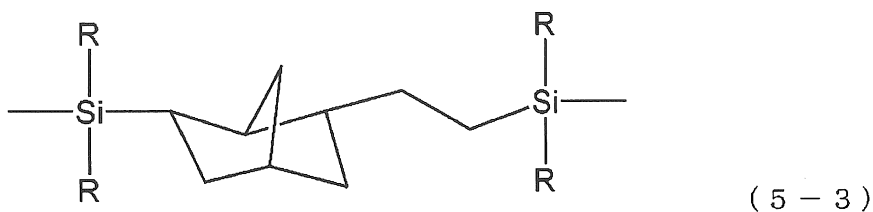
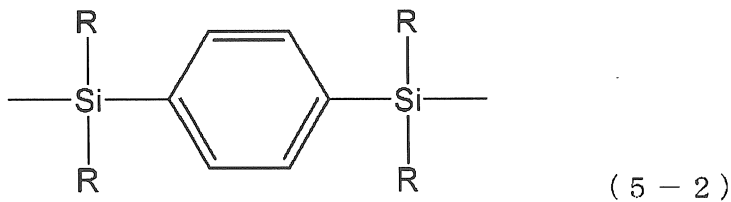
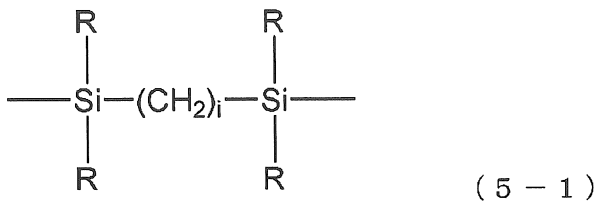
trong đó mỗi biến số d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5; p, q, r và s là các số nguyên thỏa mãn $p=1$ đến 80, $q=1$ đến 80, $r=0$ đến 10, $s=0$ đến 10, $p+q=5$ đến 100, và $p+q+r+s=10$ đến 100; và mỗi đơn vị thể hiện trong dấu ngoặc đơn có thể được liên kết ngẫu nhiên với nhau.

Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo mục [1] hoặc [2], trong đó B là liên kết đơn, hoặc nhóm liên kết hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm các nhóm có công thức (4-1) đến (4-8):



trong đó h là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 10; và mỗi nhóm R độc lập là nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm aryl có 6 đến 10 nguyên tử cacbon.

Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo mục bất kỳ trong số các mục [1] đến [3], trong đó Q là nhóm liên kết hóa trị hai có nguyên tử silic ở cả hai đầu, là nhóm liên kết hóa trị hai này được chọn từ nhóm bao gồm các công thức (5-1) đến (5-4):



trong đó i là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 10; j là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 100; và mỗi nhóm R độc lập là nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm aryl có 6 đến 10 nguyên tử cacbon.

Chất xử lý bề mặt chứa ít nhất một loại dẫn xuất este của axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen như nêu trong mục bất kỳ trong số các mục [1] đến [4].

Phương pháp xử lý bề mặt sản phẩm bao gồm bước xử lý bề mặt sản phẩm bằng chất xử lý bề mặt như nêu trong mục [5].

Phương pháp xử lý bề mặt sản phẩm quang học bao gồm bước xử lý bề mặt sản phẩm quang học bằng chất xử lý bề mặt như nêu trong mục [5].

Phương pháp xử lý bề mặt của màn hình cảm ứng bao gồm bước xử lý bề mặt của màn hình cảm ứng bằng chất xử lý bề mặt như nêu trong mục [5].

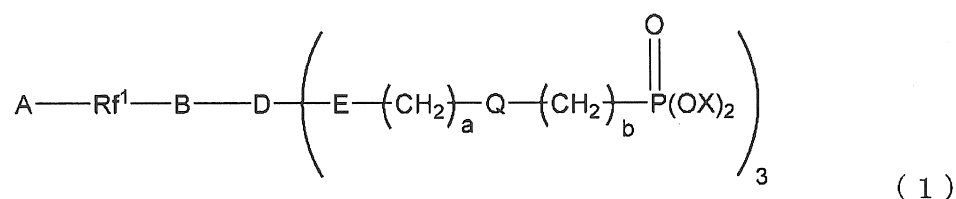
Hiệu quả của sáng chế

Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo sáng chế có thể tạo ra màng phủ có khả năng bám dính vào vật liệu nền, đặc tính không thấm nước/không thấm dầu, đặc tính ma sát động thấp và đặc tính lau sạch bụi vượt trội. Dẫn xuất này có thể được sử dụng hữu hiệu đối với các mục đích phủ khác nhau trong một khoảng thời gian dài.

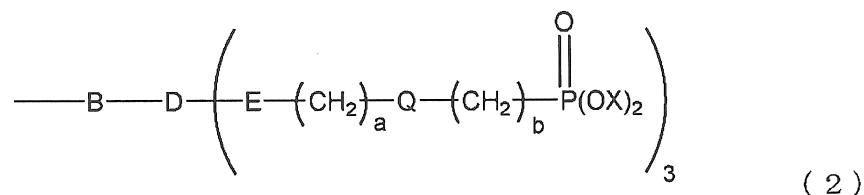
Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo sáng chế có công thức (1).



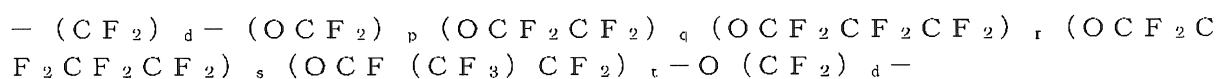
Trong công thức (1), A là nhóm chứa flo hóa trị một được bịt đầu bằng nhóm $-CF_3$; hoặc nhóm có công thức (2). Rf^1 là nhóm flooxyalkylen có công thức $-(CF_2)_d-(OCF_2)_p(OCF_2CF_2)_q(OCF_2CF_2CF_2)_r(OCF_2CF_2CF_2CF_2)_s(OCF(CF_3)CF_2)_t-O(CF_2)_d$. Mỗi biến số d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5. Mỗi biến số p, q, r, s và t độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 200, với điều kiện $p+q+r+s+t$ nằm trong khoảng từ 3 đến 200. Ngoài ra, mỗi đơn vị thể hiện trong dấu ngoặc đơn có thể được liên kết ngẫu nhiên với nhau. B là liên kết đơn; hoặc nhóm liên kết hóa trị hai có cấu trúc alkylen được thế hoặc không được thế ở đầu bất kỳ. D là nguyên tử cacbon hoặc nguyên tử silic. Mỗi nhóm E độc lập là nhóm bất kỳ trong số liên kết đơn, nguyên tử oxy và nhóm di siloxan hữu cơ. Q là nhóm liên kết hóa trị hai có nguyên tử silic ở cả hai đầu. Mỗi nhóm X độc lập là nguyên tử hydro, nguyên tử kim loại kiềm, nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, nhóm aryl, hoặc nhóm hóa trị một có công thức J_3Si- (J độc lập là nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon; hoặc nhóm aryl). Mỗi biến số a và b độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 20.



Trong công thức (2), B, D, E, Q, X, a và b là như được xác định ở trên trong công thức (1).

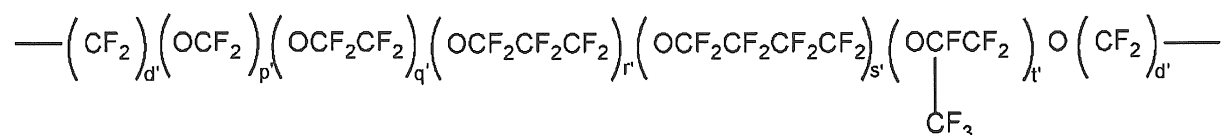
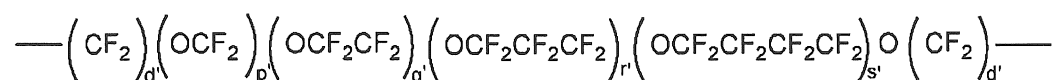
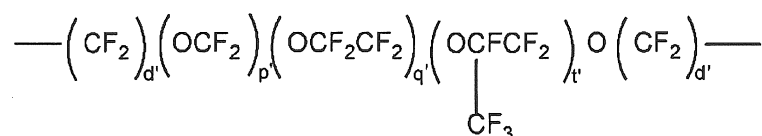
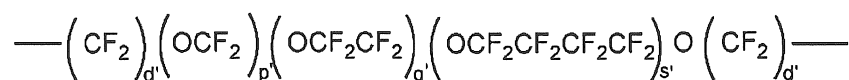
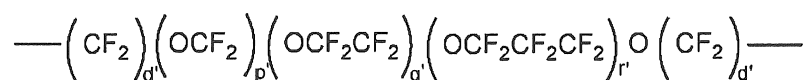
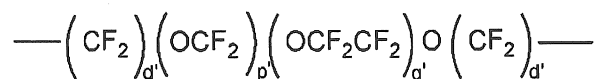
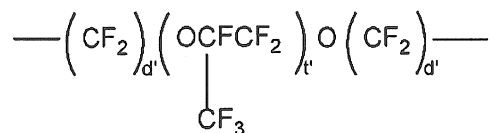
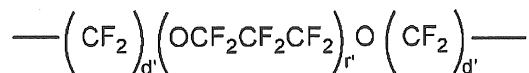
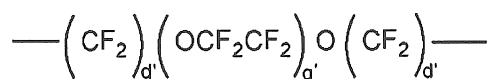
Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo sáng chế có cấu trúc trong đó gốc polyme chứa nhóm flooxyalkylen hóa trị một được bít đầu bằng nhóm $-\text{CF}_3$ (A-Rf^1) hoặc gốc polyme chứa nhóm flooxyalkylen hóa trị hai (Rf^1) được liên kết với nhóm axit phosphonic ($-(\text{CH}_2)_b\text{-PO(OH)}_2$) hoặc ($-(\text{CH}_2)_b\text{-PO(OX)}_2$) thông qua nhóm liên kết hóa trị hai chứa nhóm bất kỳ trong số các nhóm sau: nhóm disilylen hữu cơ như nhóm dimetylsilylen, nhóm dietylsilylen và nhóm diphenylsilylen; và nhóm di polysiloxan hữu cơ như nhóm dimethylpolysiloxan, nhóm dietylpolydisiloxan và nhóm diphenylpolysiloxan. Dẫn xuất nêu trên là axit phosphonic có ba nhóm axit phosphonic ở một đầu của mạch phân tử hoặc có ba nhóm axit phosphonic ở mỗi đầu của hai đầu mạch phân tử (tức là tổng cộng sáu nhóm cho một phân tử); hoặc dẫn xuất của nó (ít nhất một dẫn xuất được chọn từ muối kim loại kiềm, alkyl este, aryl este và triorganosilyl este của axit phosphonic này).

Trong công thức nêu trên (1), Rf^1 là nhóm flooxyalkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có công thức sau.



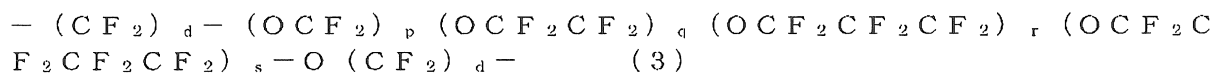
Trong công thức này, mỗi biến số d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5. Mỗi biến số p, q, r, s và t độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 200, với điều kiện $p+q+r+s+t$ nằm trong khoảng từ 3 đến 200. Ngoài ra, mỗi đơn vị thể hiện trong dấu ngoặc đơn có thể được liên kết ngẫu nhiên với nhau. Tổng số đơn vị lặp lại ($p+q+r+s+t$) trong nhóm flooxyalkylen này nằm trong khoảng từ 3 đến 200, tốt hơn là 10 đến 150, tốt hơn nữa là 15 đến 80.

Ví dụ cụ thể về Rf^1 chứa các đơn vị lặp lại nêu trên là như sau.



Trong công thức nêu trên, d' là giống với d nêu trên. p' là giống với p nêu trên. q' là giống với q nêu trên. Mỗi biến số r' , s' và t' là số nguyên không nhỏ hơn 1, và giới hạn trên của mỗi biến số này là giống với giới hạn trên của mỗi biến số r , s và t nêu trên.

Cụ thể, đối với ứng dụng cần khả năng trượt, như tấm cảm ứng, liên quan đến hệ số ma sát thấp, tốt hơn nếu Rf^1 là nhóm flooxyalkylen mạch thẳng hóa trị hai có công thức (3).



Trong công thức (3), mỗi biến số d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5. p , q , r và s là các số nguyên thỏa mãn $p=1$ đến 80, $q=1$ đến 80, $r=0$ đến 10, $s=0$ đến 10, $p+q=5$ đến 100, và $p+q+r+s=10$ đến 100. Ngoài ra, mỗi đơn vị thể hiện trong dấu ngoặc đơn có thể được liên kết ngẫu nhiên với nhau.

Trong công thức nêu trên (1), A là nhóm chứa flo hóa trị một được bịt đầu bằng nhóm $-CF_3$; hoặc nhóm có công thức nêu trên (2). Nếu A là nhóm chứa flo (tức là nếu $A-Rf^1$ là gốc polyme chứa nhóm flooxyalkylen hóa trị một được bịt đầu bằng nhóm CF_3), thì tốt hơn nếu A là nhóm perfluoralkyl có 1 đến 6, đặc biệt là có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, trong đó nhóm $-CF_3$ và nhóm $-CF_2CF_3$ là được ưu tiên hơn.

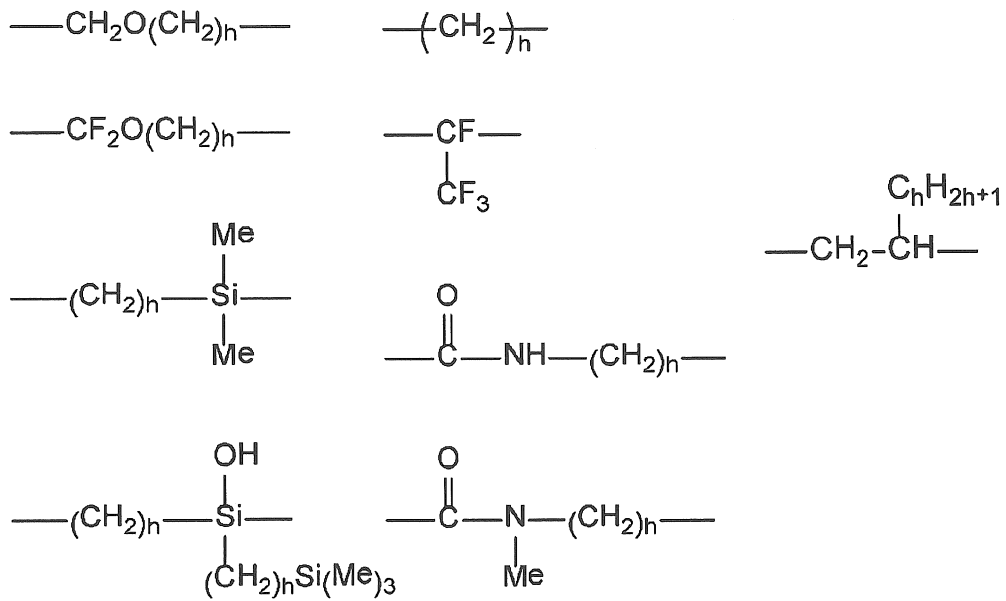
Trong các công thức (1) và (2), mỗi biến số a và b là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 20, tốt hơn là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 10.

Trong các công thức (1) và (2), Q là nhóm liên kết chứa silic hóa trị hai có nguyên tử silic ở cả hai đầu, và là nhóm liên kết liên kết nhóm $-(CH_2)_a-$ với nhóm $-(CH_2)_b-$. Ngoài ra, tốt hơn nếu Q là nhóm hữu cơ chứa silic hóa trị hai có 4 đến 120, đặc biệt là 6 đến 80, cụ thể là 6 đến 40 nguyên tử cacbon. Tốt hơn nếu nhóm hữu cơ này là nhóm di polysiloxan hữu cơ như nhóm dimethylpolysiloxan, nhóm diethylpolysiloxan, nhóm diphenylpolysiloxan và nhóm methylphenylpolysiloxan; hoặc một hoặc nhiều nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm hữu cơ chứa silic hóa trị hai làm các nhóm hydrocacbon hóa trị hai được thế hoặc không được thế, mỗi nhóm có 1 đến 12 nguyên tử cacbon và cả hai đầu được khóa bằng nhóm di silylen hữu cơ như nhóm dimethylsilylen, nhóm diethylsilylen và diphenylsilylen.

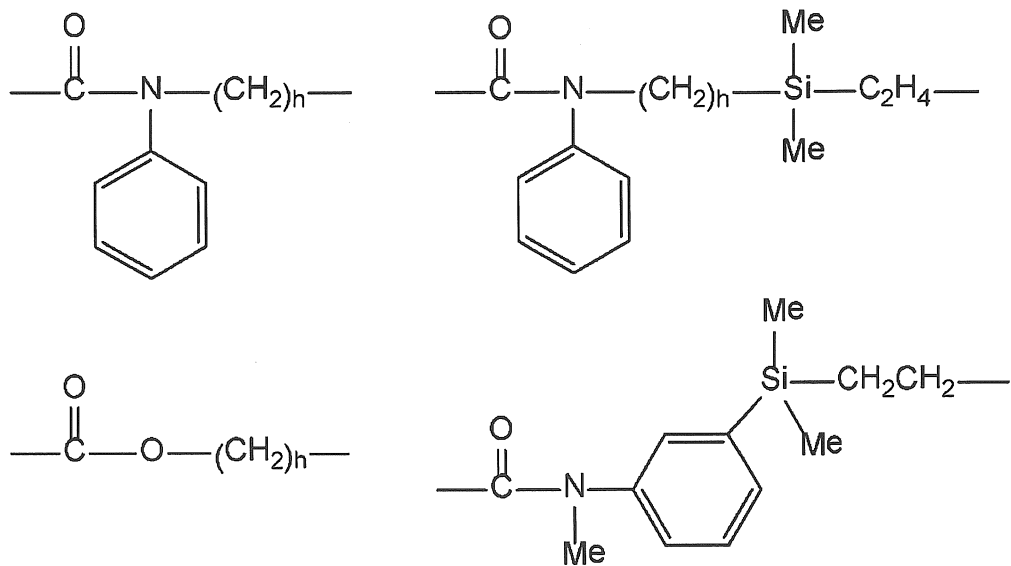
Ở đây, ví dụ về nhóm hydrocacbon trong nhóm hydrocacbon hóa trị hai được thế hoặc không được thế có 1 đến 12 nguyên tử cacbon và cả hai đầu được khóa bằng nhóm disilylen hữu cơ, bao gồm nhóm alkylen như nhóm metylen, nhóm etylen, nhóm propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, metylpropylen),

hexametylen và octametylen; nhóm arylen như nhóm phenylen; norbornyl; hoặc nhóm hóa trị hai dưới dạng tổ hợp của không ít hơn hai loại nhóm trong số các nhóm này (ví dụ, nhóm alkylen-arylen, nhóm norbornyl-alkylen). Ví dụ về nhóm hydrocacbon trong nhóm hydrocacbon hóa trị hai được thể hoặc không được thể có 1 đến 12 nguyên tử cacbon và cả hai đầu được khóa bằng nhóm di silylen hữu cơ cũng có thể bao gồm các nhóm thu được bằng cách thế một phần hoặc toàn bộ nguyên tử hydro trong nhóm bất kỳ trong số các nhóm nêu trên bằng nguyên tử halogen như flo, clo, brom và iot, trong đó nhóm alkylen được thể hoặc không được thể có 1 đến 3 nguyên tử cacbon hoặc nhóm phenylen là được ưu tiên.

Trong công thức (1) và (2) nêu trên, B là liên kết đơn hoặc nhóm liên kết hóa trị hai có cấu trúc alkylen được thể hoặc không được thể ở đầu bất kỳ, và là nhóm liên kết hóa trị hai để liên kết gốc polyme chứa nhóm flooxyalkylen (Rf^1) với nguyên tử cacbon hoặc nguyên tử silic (D). Mặc dù nhóm liên kết hóa trị hai này có, ví dụ cấu trúc alkylen được thể halogen hoặc không được thể có từ 1 đến 20, tốt hơn là 2 đến 12 nguyên tử cacbon trong cấu trúc của nó, nhóm này cũng có thể bao gồm một hoặc nhiều cấu trúc chứa nguyên tử khác loại như nguyên tử oxy (liên kết ete), nhóm amit, nhóm amit được thể N-metyl, nhóm amit được thể N-phenyl, nhóm phenylen, nhóm disilylen hữu cơ, nhóm trisilyl hữu cơ và nhóm silanol. Ví dụ cụ thể về B bao gồm liên kết đơn hoặc nhóm hóa trị hai nêu dưới đây.

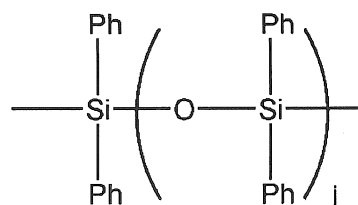
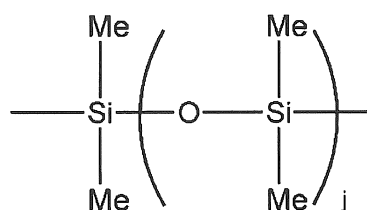
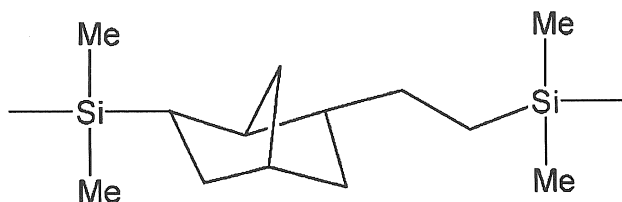
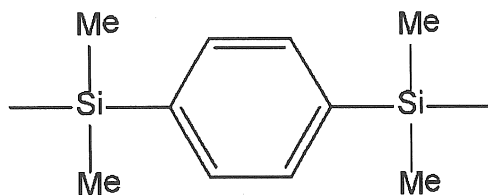
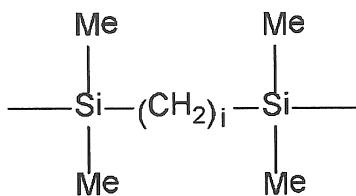


Trong công thức nêu trên, h là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 10; Me là nhóm methyl.



Trong công thức nêu trên, h là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 10; Me là nhóm methyl.

Ví dụ về Q bao gồm các nhóm sau.



Trong công thức nêu trên, i là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 10; j là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 100; Me là nhóm methyl; và Ph là nhóm phenyl.

Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo sáng chế là hợp chất có công thức (1), trong đó mỗi nhóm X độc lập là nguyên tử hydro, nguyên tử kim loại kiềm, nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, nhóm aryl, hoặc nhóm hóa trị một có công thức $\text{J}_3\text{Si-}$ (J độc lập là nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon; hoặc nhóm aryl). Ở đây, ví dụ về kim loại kiềm bao gồm natri và kali.

Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo sáng chế có khả năng tạo ra màng phủ được xử lý có khả năng bám dính với vật

liệu nền, đặc tính không thấm nước/không thấm dầu, đặc tính ma sát động thấp, tính chống dính khuôn, đặc tính lau sạch bụi và tính chống mòn vượt trội, và do đó có thể được sử dụng hiệu quả cho các mục đích phủ khác nhau trong một khoảng thời gian dài. Ngoài ra, vì màng này cho phép lau sạch bụi dễ dàng, nên thuận tiện là màng phủ được dùng cho: mắt kính, màng chống phản xạ, tấm phân cực, TV, màn hình cảm ứng, thiết bị đầu cuối đeo được, máy tính bảng, đồng hồ, điện thoại di động, đồ trang trí và khuôn chính xác.

Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen có công thức (1) trên đây có thể, ví dụ, được điều chế bằng phương pháp dưới đây.

Ít nhất, hợp chất có ba nhóm liên kết không no được điều chế bằng phương pháp đã biết được bổ sung vào (các) đầu của perpolyme chứa nhóm flooxyalkylen.

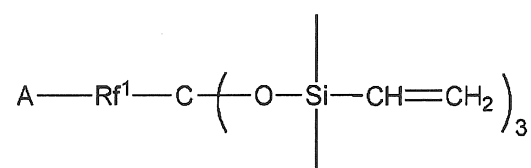
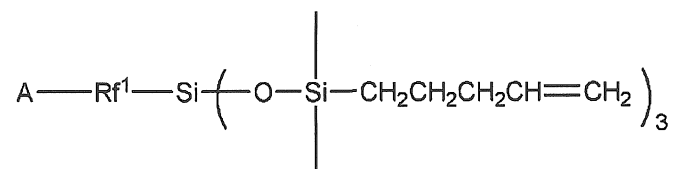
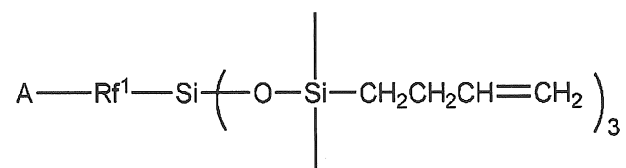
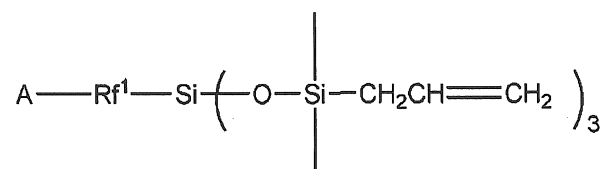
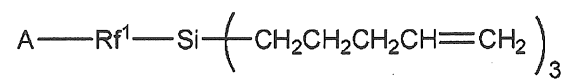
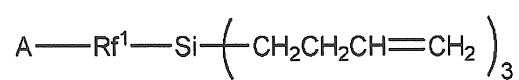
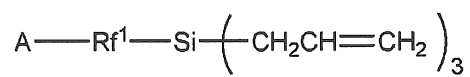
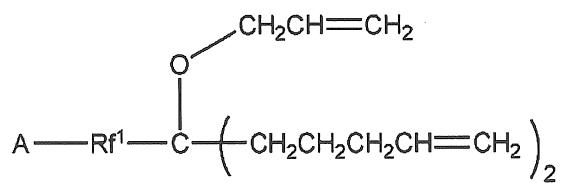
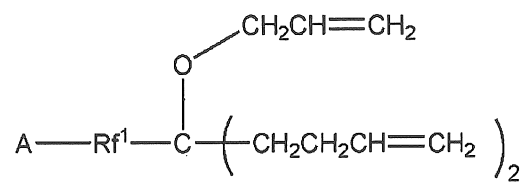
Tiếp theo, polyme chứa nhóm flooxyalkylen có ba nhóm liên kết không no ở (các) đầu của nó và hợp chất silic hữu cơ có hai liên kết SiH, được phản ứng trong dung môi trên cơ sở flo khi có mặt chất xúc tác dùng trong phản ứng cộng như phức hợp axit cloplantinic/vinylsiloxan ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, trong khoảng thời gian từ 1 đến 72 giờ, tốt hơn là từ 3 đến 24 giờ. Sau đó, dung môi và các sản phẩm không phản ứng được chưng cất ra ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 150°C, tốt hơn là 90 đến 120°C, trong điều kiện áp suất giảm để thu được polyme chứa nhóm flooxyalkylen có các nhóm SiH ở (các) đầu của nó.

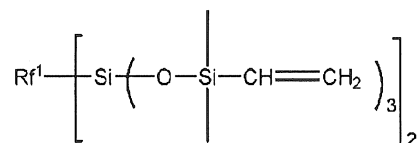
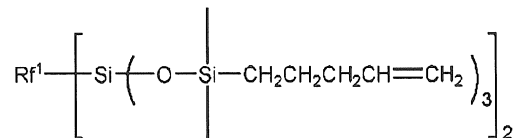
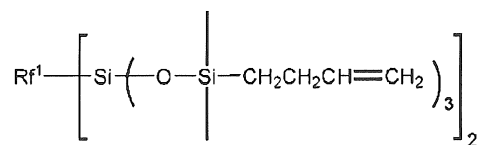
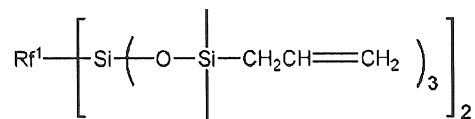
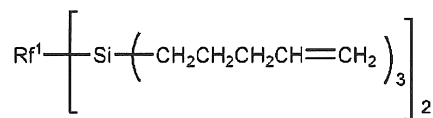
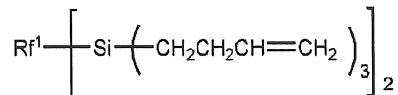
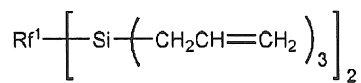
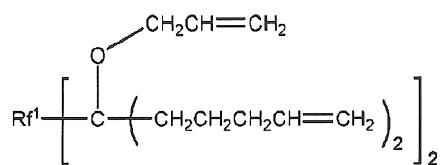
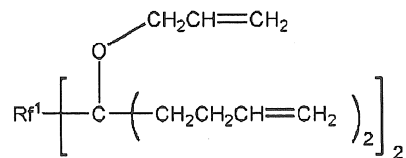
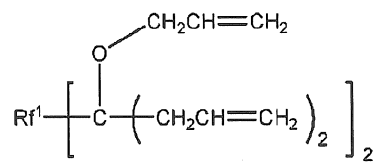
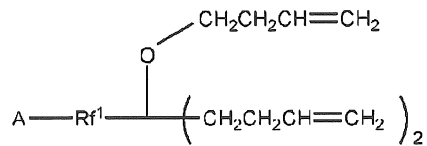
Tiếp theo, polyme và este của axit phosphonic này có (các) liên kết không no ở (các) đầu của nó, được phản ứng trong dung môi trên cơ sở flo khi có mặt chất xúc tác phản ứng cộng như phức hợp axit cloplantinic/vinylsiloxan ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn là ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, trong khoảng từ 1 đến 72 giờ, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3 đến 24 giờ. Sau đó, dung môi và các sản phẩm không phản ứng được chưng cất ra ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 150°C, tốt hơn là ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 90 đến 120°C, trong điều kiện áp suất

giảm để thu được este của axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen.

Ngoài ra, bằng cách thủy phân este này, có thể thu được axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen. Có thể tiến hành thủy phân bằng phản ứng với lượng lớn nước trong điều kiện có mặt axit như axit clohydric và axit sulfuric, và phản ứng này có thể được tiến hành trong điều kiện hồi lưu trong ba giờ hoặc lâu hơn. Ngoài ra, nếu nhóm este là nhóm este trimetylsilyl, có thể tạo ra axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen chỉ bằng cách tiến hành khuấy với nước ở nhiệt độ trong phòng.

Dưới đây là ví dụ về polyme chứa nhóm flooxyalkylen có các nhóm liên kết không no ở cuối chuỗi phân tử.

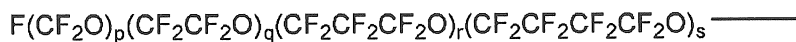




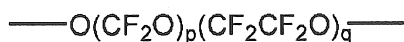
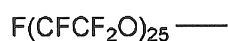
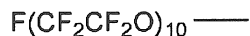
Ví dụ về Rf^1 trong công thức nêu trên bao gồm các nhóm có các cấu trúc sau.



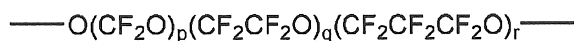
$$p:q:s = 47:52:1, p+q+s \doteq 45$$



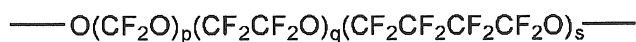
$$p:q:r:s = 46:52:1:1, p+q+r+s \doteq 45$$



$$p:q = 47:53, p+q \doteq 45$$



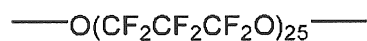
$$p:q:r = 47:52:1, p+q+r \doteq 45$$



$$p:q:s = 47:52:1, p+q+s \doteq 45$$



$$p:q:r:s = 46:52:1:1, p+q+r+s \doteq 45$$



$$t+u \doteq 25$$

Chất xử lý bề mặt theo sáng chế chủ yếu gồm dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo sáng chế.

Chất xử lý bề mặt theo sáng chế có thể là hỗn hợp gồm: loại có nhóm axit phosphonic ở một đầu; và loại có nhóm axit phosphonic ở cả hai đầu. So với loại có nhóm axit phosphonic ở cả hai đầu, thì loại có nhóm axit phosphonic ở một đầu có đặc

tính không thấm nước/không thấm dầu cao, hệ số ma sát động thấp và tính chống mòn vượt trội. Trong khi đó, so với loại có nhóm axit phosphonic ở một đầu, loại có nhóm axit phosphonic ở cả hai đầu tốt hơn ở chỗ cho dù lớp phủ màng mỏng thì vẫn có thể có tính cải biến bề mặt. Do đó, tùy thuộc vào mục đích sử dụng, tốt hơn nếu loại có nhóm axit phosphonic ở một đầu và loại có nhóm axit phosphonic ở cả hai đầu được trộn và được sử dụng làm chất xử lý bề mặt.

Ngoài ra, chất xử lý bề mặt theo sáng chế cũng có thể chứa polyme có nhóm flooxyalkylen không có chức năng. Thuận lợi là polyme có nhóm flooxyalkylen không có chức năng này thường có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 120 phần trọng lượng, tốt hơn là với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 60 phần trọng lượng so với 100 phần trọng lượng của polyme có thể thủy phân được một đầu và polyme có thể thủy phân được hai đầu, để thu được hệ số ma sát động thấp và tính chống mòn.

Ngoài ra, ngoài polyme có nhóm flooxyalkylen không có chức năng như vậy, chất xử lý bề mặt cũng có thể chứa dung môi, và tốt hơn nếu chất xử lý bề mặt có thể được sử dụng để phủ sau khi được hòa tan trong dung môi thích hợp. Ví dụ về dung môi như vậy bao gồm dung môi trên cơ sở hydrocacbon béo được cải biến bằng flo (ví dụ, pentaflobutan, decaflopentan, perflohexan, perfloheptan, metoxy perflohepten, perflooctan, perfloxyclohexan và perflo-1,3-dimetyl-xyclohexan), dung môi trên cơ sở hydrocacbon thơm được cải biến bằng flo (ví dụ, m-xylene hexaflorua, benzo-triflorua và 1,3-triflometylbenzen), dung môi trên cơ sở ete được cải biến bằng flo (ví dụ, metylperflopropylete, metylperflobutylete, etylperflobutylete và perflo (2-butyltetrahydrofuran)), dung môi trên cơ sở alkylamin được cải biến flo (ví dụ, perflotributylamin và perflotripentylamin), dung môi trên cơ sở hydrocacbon (ví dụ, benzin dầu mỏ, rượu khoáng, toluen và xylen), dung môi trên cơ sở keton (ví dụ, axeton, metyletyl keton và metylisobutyl keton), dung môi trên cơ sở ete (ví dụ, tetrahydrofuran và dietyl ete), dung môi trên cơ sở este (ví dụ, etyl axetic) và dung môi trên cơ sở rượu (ví dụ, rượu isopropyl). Trong số các dung môi này, các dung môi được cải biến bằng flo

được ưu tiên hơn do độ hòa tan và khả năng làm ẩm. Theo sáng chế, được ưu tiên là methylperflubutylete, etylperflubutylete, metoxy perflohepten, decafloptentan, pentaflobutan, perflohexan, m-xylene hexafluorua; và đặc biệt được ưu tiên là etylperflubutylete, decafloptentan, pentaflobutan và perflohexan.

Hai hoặc nhiều hơn hai loại dung môi trên đây có thể được trộn với nhau, và tốt hơn nếu nồng độ tối ưu của dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen được hòa tan trong (các) dung môi nằm trong khoảng từ 0,01 đến 50% trọng lượng, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,03 đến 25% trọng lượng, tuy nhiên cũng tùy thuộc vào phương pháp xử lý.

Chất xử lý bề mặt có thể được phủ lên vật liệu nền bằng phương pháp đã biết như tạo lớp phủ ướt (ví dụ, sơn phủ, ngâm, phun và in phun) và tạo lớp phủ bay hơi. Ngoài ra, tốt hơn nếu nhiệt độ xử lý nằm trong khoảng từ 80°C đến 200°C, tuy nhiên cũng tùy thuộc vào phương pháp xử lý. Còn đối với độ ẩm xử lý, tốt hơn nếu việc xử lý được tiến hành trong điều kiện ẩm để thúc đẩy phản ứng.

Ngoài ra, tốt hơn nếu độ dày màng của màng phủ xử lý (lớp flo) không vượt quá 50nm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2 đến 20nm, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4 đến 15nm.

Không có giới hạn cụ thể về vật liệu nền được xử lý bằng chất xử lý bề mặt trên đây. Vật liệu nền như vậy có thể bao gồm nhiều vật liệu khác nhau như giấy; vải; kim loại và kim loại oxit; thủy tinh; nhựa; xeramic; thạch anh; và saphia, trong số đó saphia và kim loại oxit được ưu tiên. Chất xử lý bề mặt có thể đem lại đặc tính không thấm nước/không thấm dầu, đặc tính ma sát động thấp và đặc tính chống bám bẩn cho các vật liệu nền này.

Bề mặt của nền có thể đã được xử lý một lớp phủ cứng và/hoặc xử lý chống phản xạ. Để cải thiện thêm về độ bám dính, có thể sử dụng các phương pháp xử lý đã biết như xử lý bằng lớp kim loại oxit làm lớp lót (ví dụ, TiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2 , Ta_2O_5 , ITO, AgO và CuO), xử lý plasma chân không, xử lý plasma trong áp suất không khí, xử lý

Itro, xử lý bằng tia UV, xử lý bằng tia VUV (tia tử ngoại trong chân không), xử lý bằng kiềm và xử lý bằng axit.

Ví dụ về các sản phẩm được xử lý bằng chất xử lý bề mặt theo sáng chế bao gồm thiết bị định hướng của ô tô; thiết bị âm thanh của ô tô; máy tính bảng; điện thoại thông minh; thiết bị đầu cuối đeo được; điện thoại di động; máy ảnh kỹ thuật số; máy quay phim kỹ thuật số; PDA; thiết bị nghe nhạc cầm tay; thiết bị chơi bạc; các bảng điều khiển khác; màn hình tinh thể lỏng được sử dụng trong quảng cáo điện tử v.v.; màn hình EL hữu cơ; màn hình plasma; màn hình cảm ứng; mắt kính; ống kính máy ảnh; kính lọc; kính râm; thiết bị y học như thiết bị soi dạ dày; thiết bị sao; màng bảo vệ; và đồ vật quang như màng chống phản xạ. Ngoài ra, chất xử lý bề mặt cũng có thể được sử dụng làm chất chống thấm cho vòi phun và vật liệu bảo vệ được lắp trong, ví dụ, máy in phun mực và thiết bị phun. Chất xử lý bề mặt theo sáng chế có khả năng ngăn ngừa in dấu vân tay, mỡ da và dầu bám vào các đồ vật nêu trên, và cho phép làm sạch bụi dễ dàng, nhờ đó đặc biệt hữu dụng làm lớp không thấm nước/không thấm dầu dùng cho: mắt kính; màn hình cảm ứng như màn hình cảm ứng dùng trong điện thoại thông minh, PC và đồng hồ thông minh; và bảng tín hiệu của thiết bị vận chuyển.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả chi tiết dưới đây có dựa vào các ví dụ thực hiện và ví dụ so sánh. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ thực hiện này.

Các phương pháp thử nghiệm được sử dụng trong các ví dụ thực hiện và ví dụ so sánh là như sau.

Phương pháp đánh giá đặc tính không thấm nước/không thấm dầu

Máy đo góc tiếp xúc (DropMaster do Kyowa Interface Science Co., Ltd. sản xuất) được sử dụng để đo góc tiếp xúc với nước và góc tiếp xúc với axit oleic của màng phủ đã xử lý, ở nhiệt độ 25°C và độ ẩm 40%. Cụ thể, góc tiếp xúc với nước được đo 1 giây sau khi một giọt chất lỏng có dung tích 2μl chạm vào bề mặt của mẫu; và góc tiếp

xúc với axit oleic được đo 1 giây sau khi một giọt chất lỏng có dung tích 4 μ l chạm vào bề mặt của mẫu.

Hệ số ma sát động

Thiết bị thử đặc tính bề mặt (HEIDON 14FW do Shinto Scientific Co., Ltd. sản xuất) được sử dụng để đo hệ số ma sát động so với BEMCOT (do Asahi Kasei Corporation sản xuất) trong các điều kiện dưới đây.

Diện tích tiếp xúc: 10 mm $\times$ 30 mm

Mức nạp: 100 g

Đặc tính tẩy sạch mực của bút viết bảng

Một màng phủ xử lý được sử dụng được tạo ra như dưới đây; và bút viết bảng trên cơ sở dầu (“Hi-Mckee” do ZEBRA CO, LTD. sản xuất) được sử dụng lên bề mặt đã được xử lý bằng màng này, sau đó sử dụng một thiết bị lau (do Shinto Scientific Co., Ltd. sản xuất) để lau sạch bề mặt trong các điều kiện dưới đây, và tiếp đó đánh giá bằng mắt thường đặc tính làm sạch mực bút viết bảng, bằng các tiêu chuẩn dưới đây.

Điều kiện môi trường thử: 25°C, độ ẩm 40%

Nguyên liệu lau sạch: giấy lụa (ELLEMOI do Kami Shoji Co., Ltd. sản xuất) được đặt phần đầu phía trước của thiết bị thử tiếp xúc với mẫu

Khoảng cách dịch chuyển (một chiều): 20 mm

Tốc độ dịch chuyển: 1,800mm/phút

Diện tích tiếp xúc: 10 mm $\times$ 30 mm

Mức nạp: 500g

□: dễ dàng làm sạch hoàn toàn bằng một chuyển động làm sạch tịnh tiến

○: một lượng nhỏ mực còn lại sau một chuyển động làm sạch tịnh tiến

△: mực còn lại một nửa sau một chuyển động làm sạch tịnh tiến

×: không làm sạch được mực

Thử nghiệm tính chống mòn

Thiết bị thử độ chịu mòn hai chiều (HEIDON 30S do Shinto Scientific Co., Ltd. sản xuất) được sử dụng để thực hiện thử nghiệm về tính chống mòn của màng phủ đã xử lý trong các điều kiện dưới đây.

Điều kiện môi trường đánh giá: 25°C, độ ẩm 40%

Vật liệu lau: tám miếng vải không dệt được xếp chồng, và được cố định vào phần đầu phía trước (10 mm × 30 mm) của máy thử tiếp xúc với mẫu

Mức nạp: 1 kg

Khoảng cách lau (một chiều): 40 mm

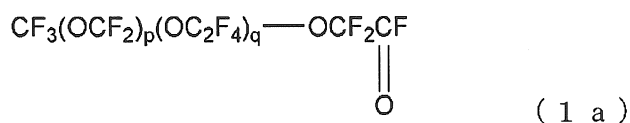
Tốc độ lau: 4.800mm/min

Số chu kỳ chuyển động tịnh tiến: 3.000 chu kỳ

Ví dụ thực hiện 1

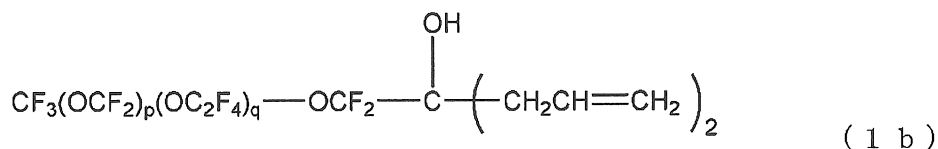
Bước (1i)

Tetrahydrofuran với lượng 150g và 1,3-bistriflometylbenzen với lượng 300g được trộn với nhau trong đồ chứa phản ứng, sau đó thêm nhỏ giọt 160ml dung dịch 0,7M (nồng độ mol) alylmagie bromua. Tiếp theo, bổ sung từ từ 300g hợp chất có công thức (1a), sau đó gia nhiệt ở nhiệt độ 60°C trong bốn giờ.

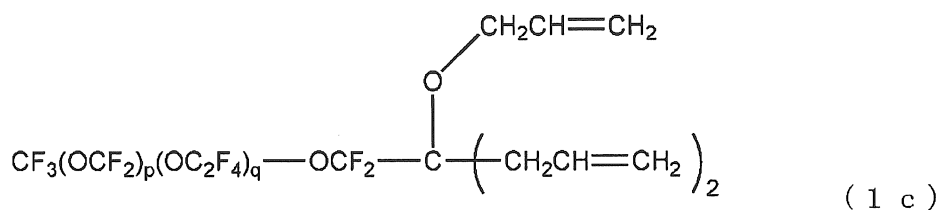


(p / q = 1 . 0 , p + q ≐ 40)

Sau khi kết thúc gia nhiệt, hỗn hợp phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, sau đó thêm nhỏ giọt dung dịch này vào 300g dung dịch 1,2M axit clohydric chứa nước để dừng phản ứng. Bằng cách chiết lỏng-lỏng, lớp hợp chất flo ở bên dưới được thu gom, sau đó rửa lớp này bằng axeton. Lớp hợp chất flo bên dưới đã rửa được thu gom lại, sau đó chưng cất loại dung môi và các chất không phản ứng để thu được 301g hợp chất có công thức (1b).

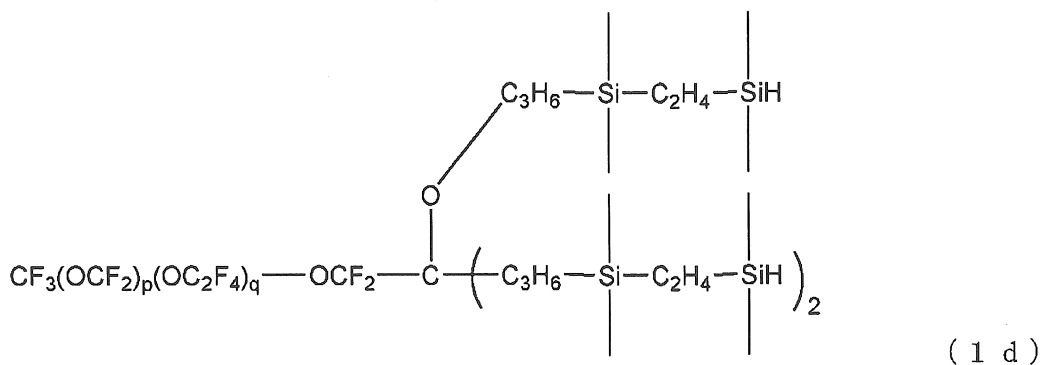


Hợp chất (1b) với lượng 300 g, allyl bromua với lượng 50g và tetrabutylamonium iodua với lượng 0,6g được trộn với nhau. Tiếp đó, 23g natri hydroxit được bổ sung, sau đó gia nhiệt hỗn hợp phản ứng ở nhiệt độ 70°C trong sáu giờ. Sau khi gia nhiệt kết thúc, hỗn hợp phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, sau đó thêm nhỏ giọt dung dịch axit clohydric chứa nước. Bằng cách chiết lỏng-lỏng, lớp hợp chất flo bên dưới được thu gom, sau đó rửa bằng axeton. Lớp hợp chất flo bên dưới đã rửa này được thu gom lại, sau đó chưng cất loại các dung môi còn lại trong điều kiện áp suất giảm. Bằng cách tiến hành lại hoạt động trên thu được 295g hợp chất có công thức (1c).



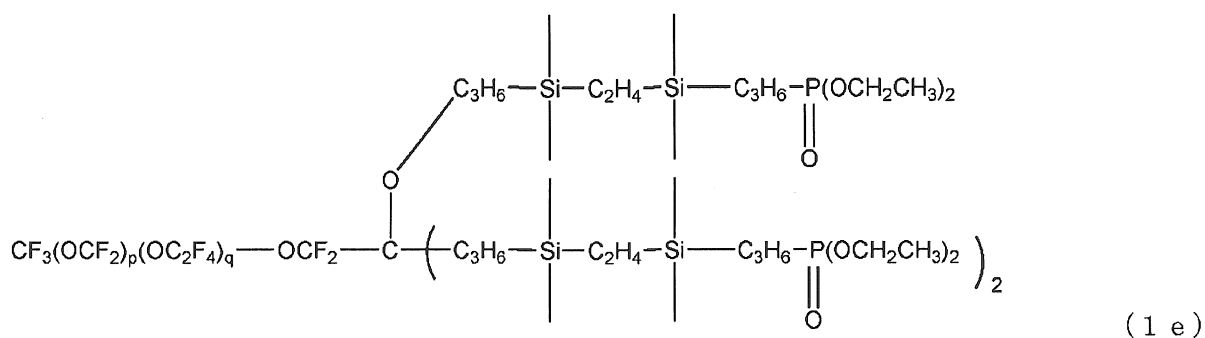
Bước (1ii)

Tiếp theo, 20g hợp chất (công thức (1c)) thu được ở bước (1i) trên đây, 30g 1,3-triflomotylbenzen, 7,6g 1,2-bis(dimetylsilyl)etan và 0,005g dung dịch toluen chứa phức hợp axit cloplantinic/vinylsiloxan (chứa $1,25 \times 10^{-9}$ mol nguyên tố Pt) được trộn với nhau, sau đó để chúng phản ứng ở nhiệt độ 80°C trong ba giờ. Sau đó, bằng cách chưng cất loại dung môi và các chất không phản ứng trong điều kiện áp suất giảm thu được 20g hợp chất ở dạng lỏng. Hợp chất thu được sau đó được đo $^1\text{H-NMR}$, và được khẳng định là hợp chất có công thức (1d).



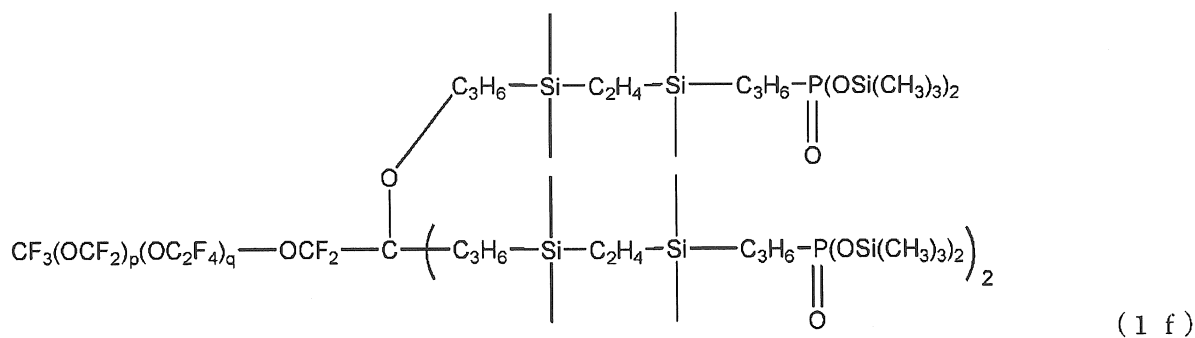
Bước (1iii)

Tiếp theo, 20g hợp chất (công thức (1d)) thu được ở bước (1ii) trên đây, 30g 1,3-triflometylbenzen, 5,1g dietyl alylphosphonat và 0,005g dung dịch toluen chứa phức hợp axit cloplantinic/vinylsiloxan (chứa $1,25 \times 10^{-9}$ mol nguyên tố Pt) được trộn với nhau, sau đó để chúng phản ứng ở nhiệt độ 90°C trong 48 giờ. Sau đó, bằng cách chưng cất loại dung môi và các chất không phản ứng trong điều kiện áp suất giảm thu được 21g sản phẩm ở dạng lỏng. Sau đó, hỗn hợp thu được được đo $^1\text{H-NMR}$, và được khẳng định là hợp chất có công thức (1e).



Bước (1iv)

Tiếp theo, 20g hợp chất (công thức (1e)) thu được ở bước (1iii) trên đây, 30g 1,3-triflometylbenzen, 10g dietyl ete và 4,4g bromotrimetylsilan được trộn với nhau, sau đó để chúng phản ứng ở nhiệt độ 70°C trong 24 giờ. Sau đó, bằng cách chưng cất loại dung môi và các chất không phản ứng trong điều kiện áp suất giảm thu được 20g sản phẩm ở dạng lỏng. Hỗn hợp thu được sau đó được đo $^1\text{H-NMR}$, và được khẳng định là hợp chất có công thức (1f).



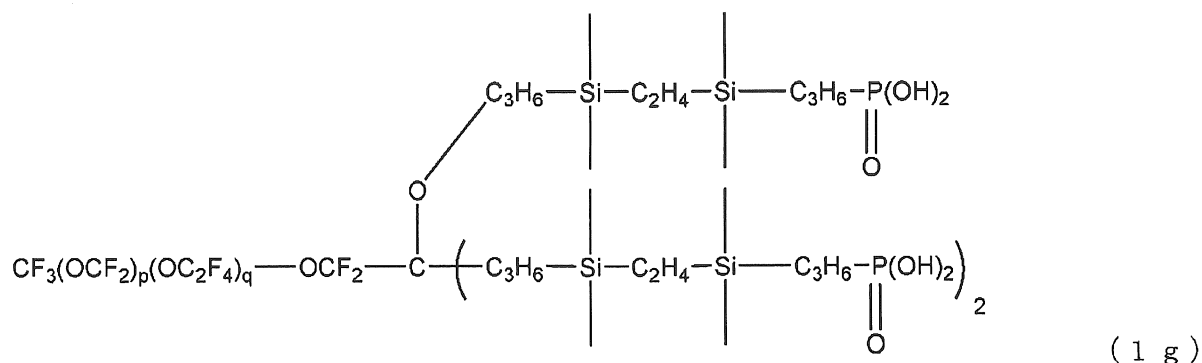
($p/q = 1.0$, $p + q \approx 40$)

Số liệu $^1\text{H-NMR}$ (tiêu chuẩn TMS, ppm) của hợp chất có công thức (1f) trên đây (dưới đây được gọi là “hợp chất 1”) được thể dưới đây.

$-\text{SiCH}_3$ and $-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$	0.25 ~ 0.30 ppm
$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$	0.20 ~ 2.20 ppm
$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}\equiv$	0.40 ~ 0.70 ppm, 1.55 ~ 1.70 ppm
$\equiv\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{Si}\equiv$	0.40 ~ 0.70 ppm

Bước (1v)

Tiếp theo, 20g hợp chất 1 có công thức (1f) trên đây được bổ sung vào dung dịch được điều chế bằng cách trộn 100g nước và 50g axeton, sau đó khuấy hỗn hợp phản ứng ở nhiệt độ 20°C trong ba giờ, và sau đó để yên thêm một giờ nữa. Tiếp đó, lớp bên dưới được lấy ra; và sau đó, bằng cách chưng cất loại dung môi trong điều kiện áp suất giảm, thu được 15g sản phẩm ở dạng lỏng. Hỗn hợp thu được sau đó được đo $^1\text{H-NMR}$, và được khẳng định là hợp chất có công thức (1g).



($p/q = 1.0$, $p + q \approx 40$)

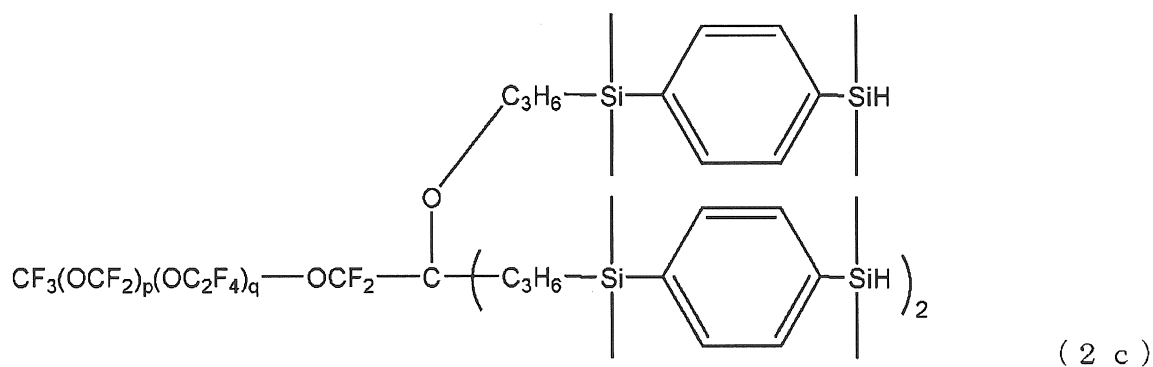
Số liệu $^1\text{H-NMR}$ (Tiêu chuẩn TMS, ppm) của hợp chất có công thức (1g) trên đây (dưới đây được dùng để chỉ “hợp chất 2”) được thể hiện dưới đây.

—SiCH ₃	— 0 . 2 5 ~ 0 . 3 0 p p m
—CH ₂ CH ₂ CH ₂ —	0 . 2 0 ~ 2 . 2 0 p p m
—CH ₂ CH ₂ Si≡	0 . 4 0 ~ 0 . 7 0 p p m , 1 . 5 5 ~ 1 . 7 0 p p m
≡SiCH ₂ CH ₂ Si≡	0 . 4 0 ~ 0 . 7 0 p p m

Ví dụ thực hiện 2

Bước (2i)

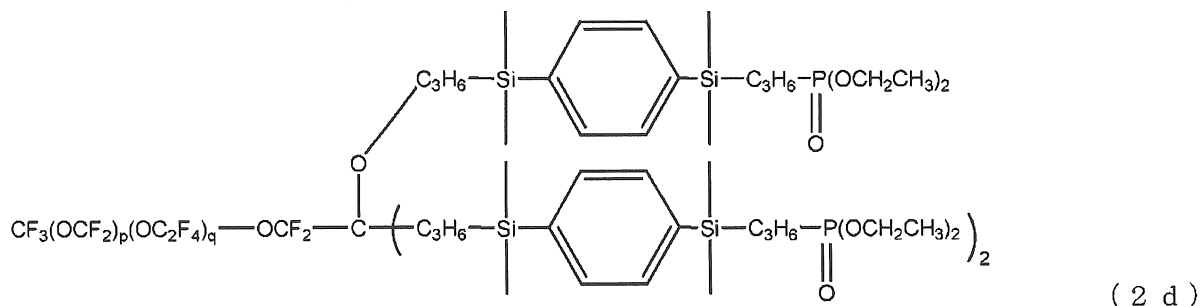
Ở đây, 20g hợp chất (công thức (1c)) thu được ở bước ví dụ thực hiện 1, 30g 1,3-triflormetylbenzen, 45g 1,4-bis(dimetylsilyl)benzen và 0,005g dung dịch toluen chứa phức hợp axit cloplantinic/vinylsiloxan (chứa $1,25 \times 10^{-9}$ mol nguyên tố Pt) được trộn với nhau, sau đó để chúng phản ứng ở nhiệt độ 80°C trong năm giờ. Tiếp đó, bằng cách chưng cất loại dung môi và các chất không phản ứng trong điều kiện áp suất giảm thu được 23g sản phẩm ở dạng lỏng. Hỗn hợp thu được sau đó được đo ¹H-NMR, và được khẳng định là hợp chất có công thức (2c).



Bước (2ii)

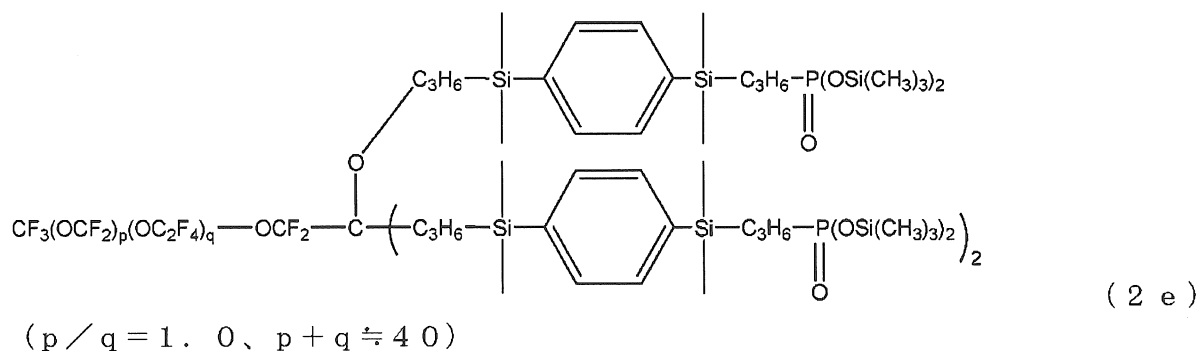
Tiếp theo, 20g hợp chất (công thức (2c)) thu được ở bước (2i) trên đây, 30g 1,3-triflormetylbenzen, 6,0g diethyl alylphosphonat và 0,005g dung dịch toluen chứa phức hợp axit cloplantinic/vinylsiloxan (chứa $1,25 \times 10^{-9}$ mol nguyên tố Pt) được trộn với nhau, sau đó để chúng phản ứng ở nhiệt độ 90°C trong 48 giờ. Tiếp đó, bằng cách chưng cất loại dung môi và các chất không phản ứng trong điều kiện áp suất giảm thu được

25g sản phẩm ở dạng lỏng. Hỗn hợp thu được sau đó được đo $^1\text{H-NMR}$, và được khẳng định là hợp chất có công thức (2d).

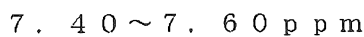
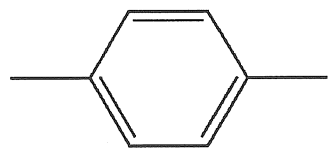
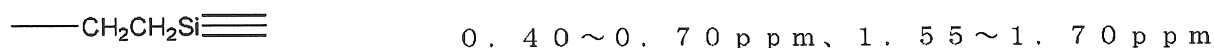
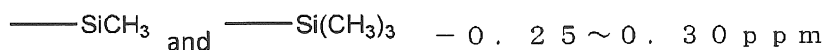


Bước (2iii)

Tiếp theo, 20g hợp chất (công thức (2d)) thu được ở bước (2ii) trên đây, 30g 1,3-triflormetylbenzen, 10g dietyl ete và 5,5g bromotrimetylsilan được trộn với nhau, sau đó để chúng phản ứng ở nhiệt độ 70°C trong 24 giờ. Tiếp đó, bằng cách chưng cất loại dung môi và các chất không phản ứng trong điều kiện áp suất giảm thu được 21g sản phẩm ở dạng lỏng. Hỗn hợp thu được sau đó được đo $^1\text{H-NMR}$, và được khẳng định là hợp chất có công thức (2e).

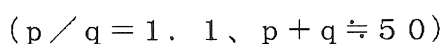
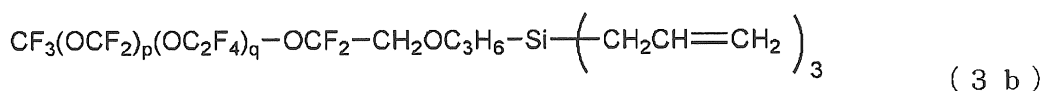


Số liệu $^1\text{H-NMR}$ (tiêu chuẩn TMS, ppm) của hợp chất có công thức (2e) trên đây (dưới đây được gọi là “hợp chất 3”) được thể hiện dưới đây.

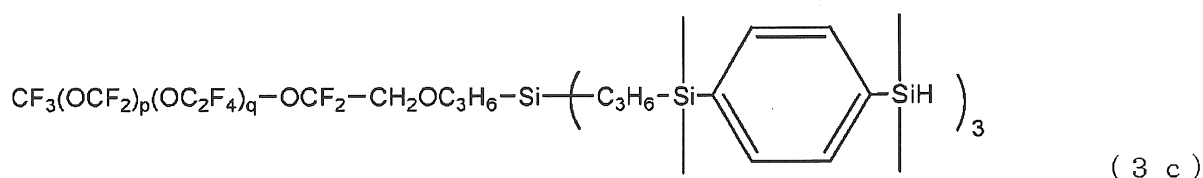


Ví dụ thực hiện 3

Bước (3i)



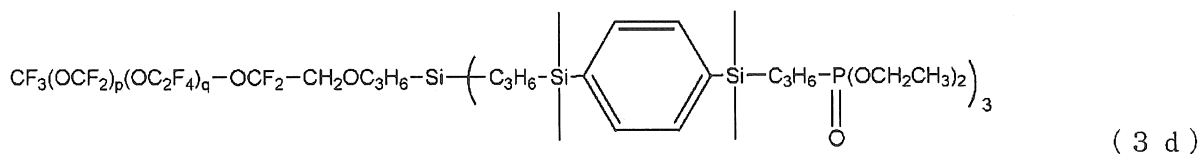
Ở đây, 20g hợp chất có công thức (3b) trên đây, 30g 1,3-triflormetylbenzen, 45g 1,4-bis(dimethylsilyl)benzen và 0,005g dung dịch toluen chứa phức hợp axit cloplantinic/vinylsiloxan (chứa $1,25 \times 10^{-9}$ mol nguyên tố Pt) được trộn với nhau, sau đó để chúng phản ứng ở nhiệt độ 80°C trong 5 giờ. Sau đó, bằng cách chưng cất loại dung môi và các chất không phản ứng trong điều kiện áp suất giảm thu được 22g sản phẩm ở dạng lỏng. Hợp chất thu được sau đó được đo $^1\text{H-NMR}$, và được khẳng định là hợp chất có công thức (3c).



Bước (3ii)

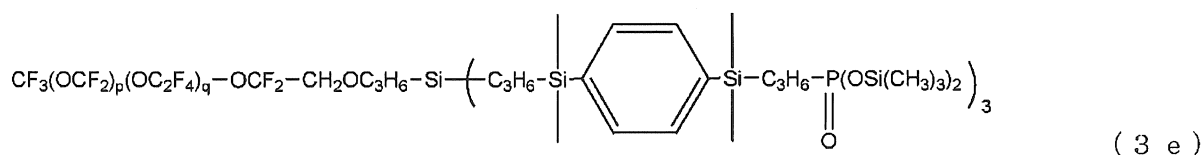
Tiếp theo, 20g hợp chất (công thức (3c)) thu được ở bước (3i) trên đây, 30g 1,3-triflormetylbenzen, 7,0g diethyl allylphosphonat và 0,005g dung dịch toluen chứa phức hợp axit cloplantinic/vinylsiloxan (chứa $1,25 \times 10^{-9}$ mol nguyên tố Pt) được trộn với nhau, sau đó để chúng phản ứng ở nhiệt độ 90°C trong 48 giờ. Tiếp đó, bằng cách chưng cất loại dung môi và các chất không phản ứng trong điều kiện áp suất giảm thu được

28g sản phẩm ở dạng lỏng. Hỗn hợp thu được sau đó được đo $^1\text{H-NMR}$, và được khẳng định là hợp chất có công thức (3d).

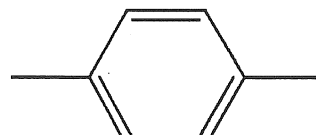


Bước (3iii)

Tiếp theo, 20g hợp chất (công thức (3d)) thu được ở bước (3ii) trên đây, 30g 1,3-triflormetylbenzen, 10g dietyl ete và 6,0g bromotrimethylsilane được trộn với nhau, sau đó để chúng phản ứng ở nhiệt độ 70°C trong 24 giờ. Tiếp đó, bằng cách chưng cất loại dung môi và các chất không phản ứng trong điều kiện áp suất giảm thu được 21g sản phẩm ở dạng lỏng. Hỗn hợp thu được sau đó được đo $^1\text{H-NMR}$, và được khẳng định là hợp chất có công thức (3e).



Số liệu $^1\text{H-NMR}$ (Tiêu chuẩn TMS, ppm) của hợp chất có công thức (3e) trên đây (dưới đây được gọi là “hợp chất 4”) được thể hiện dưới đây.

—SiCH ₃ and —Si(CH ₃) ₃	0.25 ~ 0.30 ppm
—CH ₂ CH ₂ CH ₂ —	0.20 ~ 2.20 ppm
—CH ₂ CH ₂ Si≡	0.40 ~ 0.70 ppm, 1.55 ~ 1.70 ppm
—CH ₂ —O—CH ₂ —	3.20 ~ 3.60 ppm, 3.50 ~ 3.80 ppm
	7.40 ~ 7.60 ppm

Quy trình sản xuất chất xử lý bề mặt và màng phủ đã xử lý

Mỗi hợp chất dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng perpolyme chứa nhóm flooxyalkylen 1 đến 4 thu được ở bước ví dụ thực hiện 1 đến 3 được hòa tan trong dung môi Novec 7200 trên cơ sở flo (do công ty 3M sản xuất) sao cho nồng độ của chúng đạt 10% trọng lượng, nhờ đó thu được chất xử lý. Sau khi tiến hành xử lý plasma trên bề mặt kính saphia, mỗi chất xử lý bề mặt được để lắng chân không trong các điều kiện dưới đây và sử dụng thiết bị dưới đây. Việc xử lý được tiến hành trong điều kiện 80°C, độ ẩm 80% trong một giờ, và sau đó ở 150°C thêm 3 giờ nữa, nhờ đó tạo thành màng phủ.

Các điều kiện xử lý plasma

- Thiết bị: thiết bị giặt khô Plasma PDC210
- Khí: khí O₂ 80 cc, khí Ar 10 cc
- Công suất: 250 W
- Thời gian: 30 giây

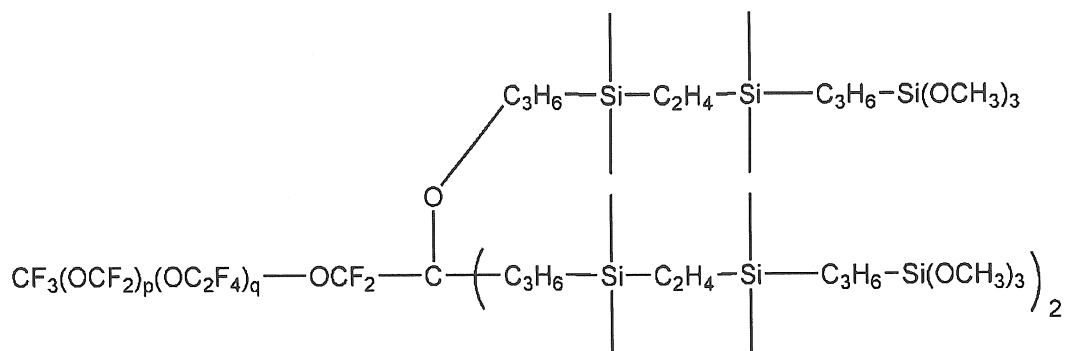
Điều kiện phủ và thiết bị để lắng chân không

- Thiết bị đo: thiết bị lắng chân không có kích thước nhỏ VPC-250F
- Áp suất: $2,0 \times 10^{-3}$ Pa to $3,0 \times 10^{-2}$ Pa
- Nhiệt độ lắng (nhiệt độ đo thuyên đạt được): 500°C
- khoảng cách lắng: 20mm
- Lượng chất xử lý được nạp: 50 mg
- Lượng lắng: 50 mg

Các chất xử lý bề mặt và màng phủ đã xử lý nêu trong các ví dụ so sánh 1 và 2 được sản xuất bằng phương pháp tương tự với phương pháp nêu trong các ví dụ thực hiện, ngoại trừ các hợp chất 5 và 6 dưới đây được sử dụng thay vì các hợp chất 1 đến 4. Các màng phủ đã xử lý nêu trong ví dụ so sánh 1 và 2 sau đó cũng được tiến hành các thử nghiệm đánh giá.

Ví dụ so sánh 1

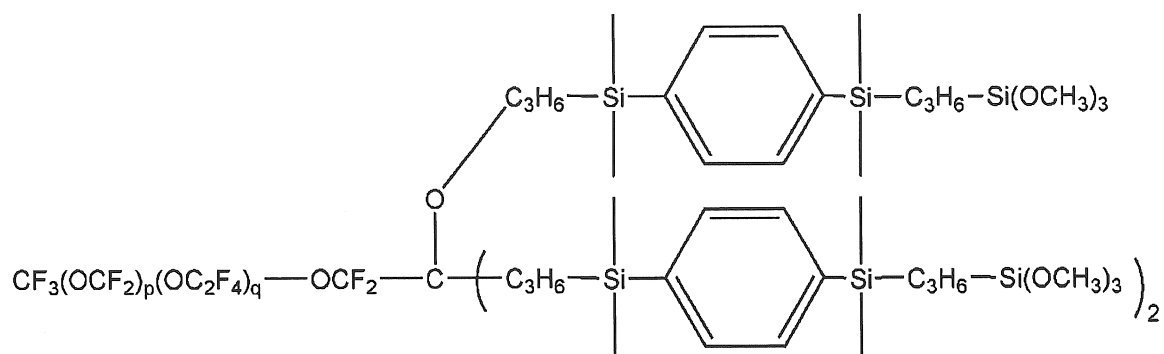
Hợp chất 5



($p/q = 1.1$, $p + q \approx 40$)

Ví dụ so sánh 2

Hợp chất 6



($p/q = 1.1$, $p + q \approx 50$)

Các màng phủ xử lý thu được được đánh giá bằng các phương pháp nêu trên.

Các kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 1 (đặc tính ban đầu) và bảng 2 (tính chống mòn).

Bảng 1

		Đặc tính không thấm nước	Đặc tính không thấm dầu	Hệ số ma sát động	Đặc tính làm sạch mực viết bảng
		Góc tiếp xúc với nước (°)	Góc tiếp xúc với axit oleic (°)		
Ví dụ thực hiện 1	Hợp chất 1	114	70	0,03	☉
Ví dụ thực hiện 2	Hợp chất 2	113	70	0,04	☉
Ví dụ thực hiện 3	Hợp chất 3	113	70	0,04	☉

Ví dụ thực hiện 4	Hợp chất 4	113	69	0,03	⊙
Ví dụ so sánh 1	Hợp chất 5	110	69	0,05	Δ
Ví dụ so sánh 2	Hợp chất 6	109	69	0,05	Δ

Bảng 2

		Tính chống mòn	
		Góc tiếp xúc với nước sau thử nghiệm chống mòn (°)	Góc tiếp xúc với axit oleic sau thử nghiệm chống mòn (°)
Ví dụ thực hiện 1	Hợp chất 1	107	67
Ví dụ thực hiện 2	Hợp chất 2	105	65
Ví dụ thực hiện 3	Hợp chất 3	107	66
Ví dụ thực hiện 4	Hợp chất 4	108	66
Ví dụ so sánh 1	Hợp chất 5	72	31
Ví dụ so sánh 2	Hợp chất 6	75	32

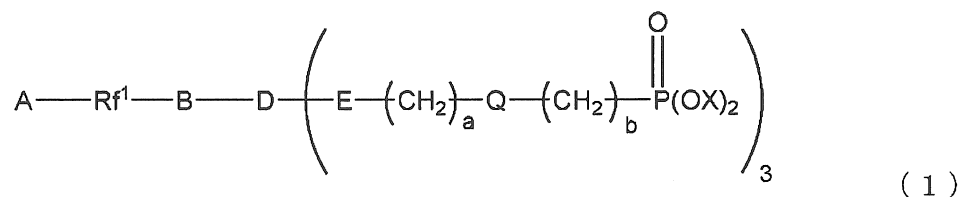
Như được thể hiện trong các bảng 1 và 2, màng phủ được tạo ra chứa dẫn xuất bất kỳ trong số các dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng perpolyme chứa nhóm flooxyalkylen nêu trong các ví dụ thực hiện 1 đến 4 có đặc tính không thấm nước/không thấm dầu cao, hệ số ma sát động thấp và đặc tính làm sạch mực viết bằng vượt trội. Ngược lại, đối với các màng phủ nêu trong các ví dụ so sánh 1 và 2 được tạo thành từ các hợp chất không chứa nhóm axit phosphonic hoặc nhóm este của axit phosphonic, mặc dù các đặc tính không thấm nước/không thấm dầu của chúng và các hệ số ma sát động học nằm trong khoảng cho phép, song đặc tính làm sạch mực viết bằng kém. Ngoài ra, đối với màng phủ được tạo thành bằng các dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng perpolyme chứa nhóm flooxyalkylen nêu trong ví dụ thực hiện 1 đến 4, các đặc tính không thấm nước/không thấm dầu của chúng cao đến mức ngay cả sau khi bị lau bằng vải, thì góc tiếp xúc với nước không nhỏ hơn 100 độ; và góc tiếp xúc axit oleic

không nhỏ hơn 60 độ. Ngược lại, đối với các màng phủ nêu trong các ví dụ so sánh 1 và 2 được tạo thành bởi các hợp chất không chứa nhóm axit phosphonic hoặc nhóm este của axit phosphonic, các đặc tính không thấm nước/không thấm dầu bị giảm đáng kể. Tức là, rõ ràng là dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo sáng chế có khả năng tạo ra màng phủ xử lý có đặc tính không thấm nước/không thấm dầu, đặc tính ma sát động thấp, đặc tính lau sạch bụi, tính chống mòn và bám dính vào vật liệu nền vượt trội.

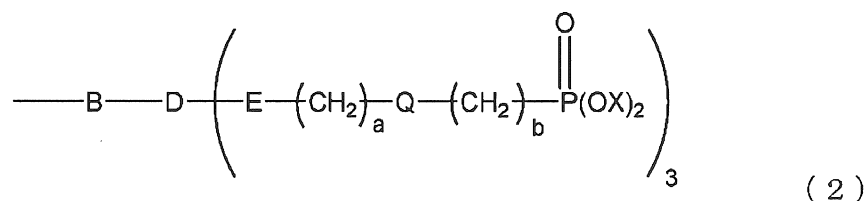
Tuy nhiên, sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án nêu trên. Các phương án nêu trên đơn giản được đề xuất làm các ví dụ, và các phương án bất kỳ được bao gồm trong phạm vi kỹ thuật của sáng chế, với điều kiện là các phương án này có cấu trúc gần giống với các ý tưởng kỹ thuật được bộc lộ trong phần yêu cầu bảo hộ của sáng chế, và chúng có thể đem lại các chức năng và các hiệu quả tương tự với các chức năng và hiệu quả của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen có công thức (1):

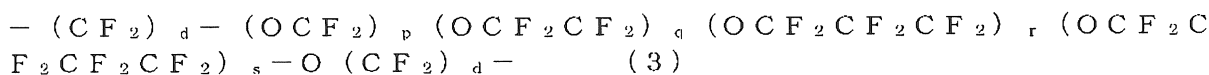


trong đó A là nhóm chứa flo hóa trị một được bít đầu bằng nhóm $-CF_3$, hoặc nhóm có công thức (2) dưới đây; R^f là nhóm flooxyalkylen có công thức $-(CF_2)_d-(OCF_2)_p(OCF_2CF_2)_q(OCF_2CF_2CF_2)_r(OCF_2CF_2CF_2CF_2)_s(OCF(CF_3)CF_2)_t-O(CF_2)_d-$, trong đó mỗi biến số d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5, mỗi biến số p, q, r, s và t độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 200, với điều kiện $p+q+r+s+t$ nằm trong khoảng từ 3 đến 200, và mỗi đơn vị thể hiện trong dấu ngoặc đơn có thể được liên kết ngẫu nhiên với nhau; B là liên kết đơn, hoặc nhóm liên kết hóa trị hai có cấu trúc alkylen được thế hoặc không được thế ở đầu bất kỳ; D là nguyên tử cacbon hoặc nguyên tử silic; mỗi nhóm E độc lập là nhóm bất kỳ trong số liên kết đơn, nguyên tử oxy và nhóm di siloxan hữu cơ; Q là nhóm liên kết hóa trị hai có nguyên tử silic ở cả hai đầu; mỗi nhóm X độc lập là nguyên tử hydro, nguyên tử kim loại kiềm, nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, nhóm aryl, hoặc nhóm hóa trị một có công thức J_3Si- (J độc lập là nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm aryl), và mỗi biến số a và b độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 20,



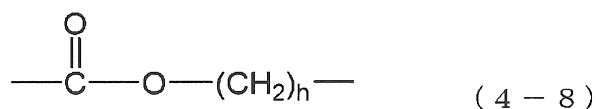
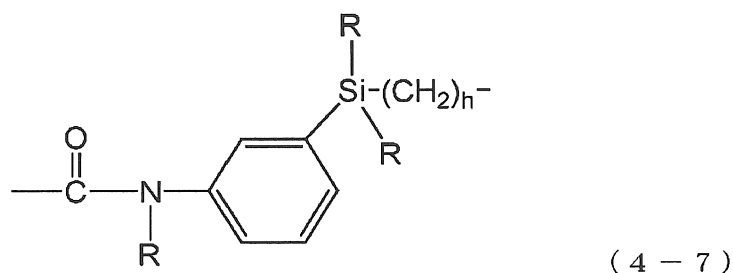
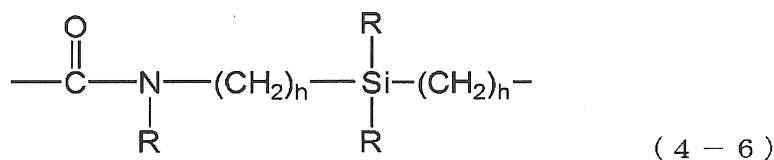
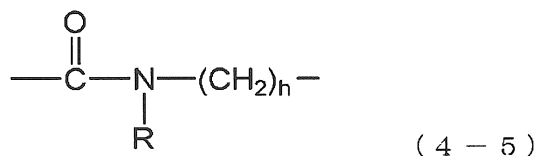
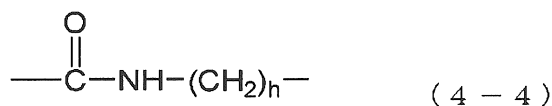
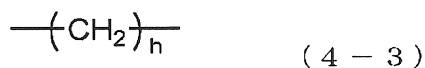
trong đó B, D, E, Q, X, a và b là như được xác định trong công thức (1).

2. Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo điểm 1, trong đó Rf^1 là nhóm flooxyalkylen mạch thẳng hóa trị hai có công thức (3):



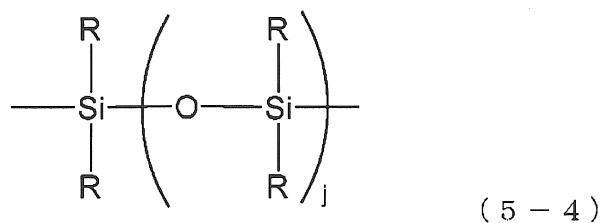
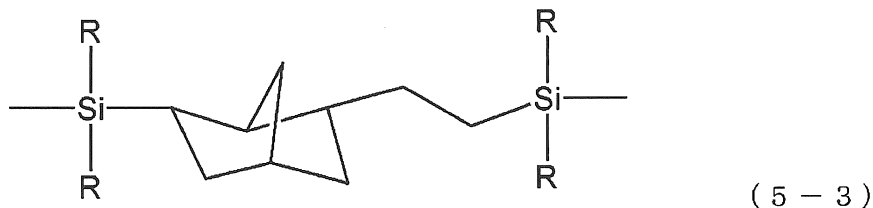
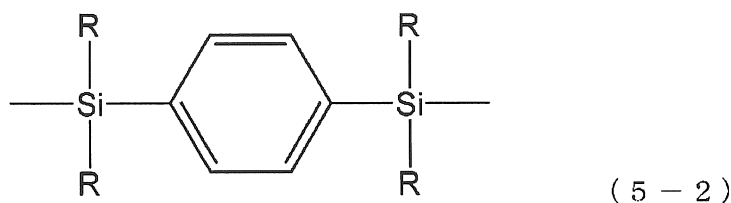
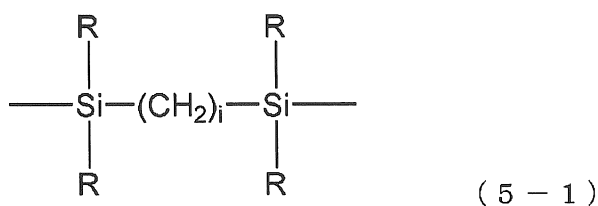
trong đó mỗi biến số d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 5; p, q, r và s là các số nguyên thỏa mãn $p=1$ đến 80, $q=1$ đến 80, $r=0$ đến 10, $s=0$ đến 10, $p+q=5$ đến 100, và $p+q+r+s=10$ đến 100; và mỗi đơn vị thể hiện trong dấu ngoặc đơn có thể được liên kết ngẫu nhiên với nhau.

3. Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó B là liên kết đơn, hoặc nhóm liên kết hóa trị hai được chọn từ nhóm bao gồm các nhóm có công thức (4-1) đến (4-8):



trong đó h là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 10; và mỗi nhóm R độc lập là nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm aryl có 6 đến 10 nguyên tử cacbon.

4. Dẫn xuất axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó Q là nhóm liên kết hóa trị hai có nguyên tử silic ở cả hai đầu, nhóm liên kết hóa trị hai này được chọn từ nhóm bao gồm các công thức (5-1) đến (5-4) sau đây:



trong đó i là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 10; j là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 100; và mỗi nhóm R độc lập là nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, hoặc nhóm aryl có 6 đến 10 nguyên tử cacbon.

5. Chất xử lý bề mặt chứa ít nhất một loại dẫn xuất của axit phosphonic được cải biến bằng polyme chứa nhóm flooxyalkylen nêu trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4.

6. Phương pháp xử lý bề mặt sản phẩm bao gồm bước xử lý bề mặt sản phẩm bằng chất xử lý bề mặt như nêu trong điểm 5.
7. Phương pháp xử lý bề mặt sản phẩm quang học bao gồm bước xử lý bề mặt sản phẩm quang học bằng chất xử lý bề mặt như nêu trong điểm 5.
8. Phương pháp xử lý bề mặt màn hình cảm ứng bao gồm bước xử lý bề mặt của màn hình cảm ứng bằng chất xử lý bề mặt như nêu trong điểm 5.