



(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)



1-0034940

(51)⁷ D06M 15/267; C08F 220/32; D06M 15/564; C08F 220/58; C08F 214/08; C08F 220/36 (13) B

(21) 1-2017-03110

(22) 05/02/2016

(86) PCT/US2016/016713 05/02/2016

(87) WO2016/130415 18/08/2016

(30) 62/115,937 13/02/2015 US

(45) 27/03/2023 420

(43) 27/11/2017 356A

(73) 3M Innovative Properties Company (US)

3M Center, Post Office Box 33427, Saint Paul, Minnesota 55133-3427, United States of America

(72) COPPENS, Dirk, M. (BE); DAMS, Rudolf, J. (BE); JARIWALA, Chetan, P. (US).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ LỚP NỀN SỢI VÀ LỚP NỀN SỢI ĐƯỢC XỬ LÝ BẰNG PHƯƠNG PHÁP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý lớp nền sợi, phương pháp này bao gồm bước phủ chế phẩm xử lý không chứa flo với lượng đủ để tạo ra khả năng chống thấm ướt của lớp nền sợi, trong đó chế phẩm xử lý này bao gồm một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý lớp nền sợi, phương pháp này bao gồm bước phủ chế phẩm xử lý không chứa flo với lượng đủ để tạo ra khả năng chống thấm ướt của lớp nền sợi. Sáng chế còn đề cập đến lớp nền sợi được xử lý bằng phương pháp này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chế phẩm dùng để xử lý các lớp nền sợi để làm tăng khả năng chống thấm ướt của lớp nền đã biết và được mô tả trong các tài liệu, ví dụ, trong tài liệu “Fluorinated Surfactant and Repellents,” E. Kissa, Surfactant Science Series, vol. 97, Marcel Dekker, New York, Chapter 12, p. 516-551, hoặc trong tài liệu “Chemistry and Technology of Silicones,” by W. Noll, Academic Press, New York, Chapter 10, p. 585-595; tuy nhiên, luôn có nhu cầu đối với các chế phẩm tạo ra khả năng chống thấm ướt cao, cụ thể là khả năng chống thấm ướt ban đầu cao, và trong các trường hợp nhất định, tạo ra độ bền kỵ nước cao, đặc biệt là các chế phẩm không chứa flo.

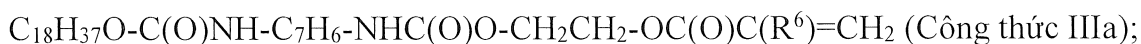
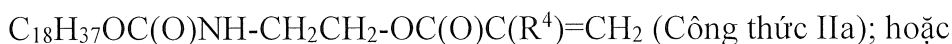
Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp xử lý lớp nền sợi sử dụng chế phẩm xử lý dạng sợi không chứa flo.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo một phương án, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý lớp nền sợi, phương pháp này bao gồm bước phủ chế phẩm xử lý không chứa flo với lượng đủ để tạo ra khả năng chống thấm ướt của lớp nền sợi, trong đó chế phẩm xử lý này bao gồm một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một (thường là, một) nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một (thường là, một) nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon (và theo một số phương án, lên đến 60 nguyên tử cacbon).

Theo một phương án khác, sáng chế đề xuất phương pháp xử lý lớp nền sợi, phương pháp này bao gồm bước phủ chế phẩm xử lý không chứa flo với lượng đủ để tạo ra khả năng chống thấm ướt của lớp nền sợi, trong đó chế phẩm xử lý này bao gồm một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một (met)acrylat có ít nhất một trong các công thức sau đây:



trong đó R^2 , R^4 , và R^6 độc lập là H hoặc CH_3 .

Theo một phương án khác, sáng chế đề xuất lớp nền sợi được xử lý bằng phương pháp theo sáng chế. Lớp nền sợi này có thể được chọn từ nhóm bao gồm vải sợi, da thuộc, thảm, giấy, và vải không dệt.

Trong bản mô tả này, chế phẩm xử lý “không chứa flo” dùng để chỉ chế phẩm xử lý chứa ít hơn 1% trọng lượng (1% trọng lượng) flo trong chế phẩm xử lý dựa trên các chất rắn, liệu có trong chế phẩm xử lý cô đặc hoặc pha sẵn không. Theo các phương án nhất định, chế phẩm xử lý “không chứa flo” dùng để chỉ chế phẩm xử lý chứa ít hơn 0,5% trọng lượng, hoặc ít hơn 0,1% trọng lượng, hoặc ít hơn 0,01% trọng lượng. Flo có thể ở dạng hợp chất chứa flo hữu cơ hoặc vô cơ.

Thuật ngữ “polyme” hoặc “hợp chất polyme” bao gồm các hợp chất với ít nhất là 10 đơn vị lặp. Polyme này bao gồm homopolyme và copolyme (với hai hoặc nhiều loại đơn vị monome, bao gồm terpolyme, tetrapolyme, và các polyme tương tự). Hợp chất polyme như vậy có trọng lượng phân tử trung bình bằng ít nhất là 3000 Dalton.

Thuật ngữ “gốc” dùng để chỉ một phần của phân tử hữu cơ ban đầu giữ lại sau khi phản ứng.

Thuật ngữ “hydrocacbon” dùng để chỉ nhóm hữu cơ về cơ bản không chứa flo mà chứa hydro và cacbon. Nhóm hydrocacbon như vậy có thể là mạch vòng (bao gồm vòng thơm), mạch thẳng, hoặc mạch nhánh. Nhóm hydrocacbon thích hợp bao gồm các nhóm alkyl, nhóm alkylen, nhóm arylen, và các nhóm tương tự. Trừ khi có quy định khác, nhóm hydrocacbon thường chứa từ 1 đến 60 nguyên tử cacbon. Theo một số phương án,

nhóm hydrocacbon chứa từ 1 đến 30 nguyên tử cacbon, từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hoặc từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon.

Thuật ngữ “alkyl” dùng để chỉ nhóm hóa trị một là gốc của alkan và bao gồm các nhóm alkyl mạch thẳng, mạch nhánh, mạch vòng, và hai vòng, và hỗn hợp của chúng, bao gồm cả hai nhóm alkyl được thế và không được thế. Trừ khi có quy định khác, nhóm alkyl thường chứa từ 1 đến 60 nguyên tử cacbon. Theo một số phương án, nhóm alkyl chứa từ 1 đến 30 nguyên tử cacbon, từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, hoặc từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về các nhóm “alkyl” gồm, nhưng không giới hạn ở, metyl, etyl, n-propyl, n-butyl, n-pentyl, isobutyl, t-butyl, isopropyl, n-octyl, n-heptyl, etylhexyl, xyclopentyl, xyclohexyl, octadexyl, behenyl, adamantyl, norbornyl, và các nhóm tương tự.

Thuật ngữ “alkylen” dùng để chỉ nhóm hóa trị hai là gốc của alkan và bao gồm các nhóm là mạch thẳng, mạch nhánh, mạch vòng, hai vòng, hoặc hỗn hợp của chúng. Trừ khi có quy định khác, nhóm alkylen thường có từ 1 đến 60 nguyên tử cacbon. Theo một số phương án, nhóm alkylen có từ 1 đến 30 nguyên tử cacbon, từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon, từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, hoặc từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về các nhóm “alkylen” bao gồm metylen, etylen, 1,3-propylen, 1,2-propylen, 1,4-butylen, 1,4-xyclohexylen, 1,6 hexametylen, và 1,10 decametylen.

Thuật ngữ “arylen” dùng để chỉ nhóm hóa trị hai là thơm và, tùy ý là, vòng cacbon. Arylen có ít nhất một vòng thơm. Tùy ý, vòng thơm có thể có một hoặc nhiều vòng cacbon bổ sung được ngưng tụ với vòng thơm. Vòng bổ sung bất kỳ có thể là không no, no một phần, hoặc no. Trừ khi có quy định khác, nhóm arylen thường có từ 5 đến 20 nguyên tử cacbon, từ 5 đến 18 nguyên tử cacbon, từ 5 đến 16 nguyên tử cacbon, từ 5 đến 12 nguyên tử cacbon, từ 6 đến 12 nguyên tử cacbon, hoặc từ 6 đến 10 nguyên tử cacbon.

Thuật ngữ (met)acrylat dùng để chỉ acrylat và metacrylat.

Thuật ngữ “bao gồm” và các dạng biến thể của nó không có nghĩa hạn chế khi các thuật ngữ này xuất hiện trong phần mô tả và các điểm yêu cầu bảo hộ. Các thuật ngữ như vậy sẽ được hiểu là ngụ ý bao gồm cả bước hoặc dấu hiệu hoặc nhóm các bước hoặc dấu hiệu đã nêu nhưng không loại trừ bước hoặc dấu hiệu hoặc nhóm các bước hoặc dấu hiệu bất kỳ khác. Do “gồm có” có nghĩa là gồm, và giới hạn ở, bất cứ dấu hiệu gì sau cụm từ “gồm có”. Do đó, cụm từ “gồm có” dùng để chỉ các thành phần đã liệt kê được yêu cầu hoặc bắt buộc, và không có các thành phần khác. Do “về cơ bản gồm có” có nghĩa là bao gồm các dấu hiệu bất kỳ được liệt kê sau cụm từ này, và được giới hạn ở các dấu hiệu khác mà không cản trở hoặc ảnh hưởng đến phạm vi hoặc tác dụng được chỉ rõ trong phần mô tả về các dấu hiệu đã liệt kê. Do đó, cụm từ “về cơ bản gồm có” dùng để chỉ các dấu hiệu đã liệt kê được yêu cầu hoặc bắt buộc, nhưng các thành phần khác là tùy ý và có thể hoặc không thể có mặt tùy thuộc vào việc liệu chúng có ảnh hưởng đến phạm vi hoặc tác dụng của các thành phần đã liệt kê hay không.

Các từ “được ưu tiên” và “tốt hơn là” dùng để chỉ các điểm yêu cầu bảo hộ của sáng chế có thể tạo ra các lợi ích nhất định, trong các trường hợp cụ thể. Tuy nhiên, các điểm yêu cầu bảo hộ khác cũng được ưu tiên, trong các trường hợp tương tự hoặc các trường hợp khác. Ngoài ra, việc trích dẫn một hoặc nhiều điểm yêu cầu bảo hộ được ưu tiên không ngụ ý rằng các điểm yêu cầu bảo hộ khác là không hữu ích, và không được dùng để loại trừ các điểm yêu cầu bảo hộ khác khỏi phạm vi của sáng chế.

Trong sáng chế, dạng số ít “một” không chỉ được dự định là dùng để chỉ dạng số ít, mà còn bao gồm nhóm chung của các ví dụ cụ thể có thể được sử dụng để minh họa. Dạng số ít được sử dụng thay thế cho các thuật ngữ “ít nhất một” và “một hoặc nhiều”. Các cụm từ “ít nhất một” và “chứa ít nhất một” sau đây dùng để chỉ một mục bất kỳ của hai hoặc nhiều mục trong danh sách và sự kết hợp bất kỳ của hai hoặc nhiều mục trong danh sách này.

Thuật ngữ “hoặc” thường được sử dụng theo nghĩa thông thường của nó bao gồm “và/hoặc”, trừ khi ngữ cảnh thể hiện rõ ràng theo cách khác.

Thuật ngữ “và/hoặc” dùng để chỉ một hoặc tất cả các yếu tố đã được liệt kê hoặc cách kết hợp của một hoặc hai thành phần bất kỳ trong số các thành phần đã được liệt kê.

Ngoài ra, trong bản mô tả này, tất cả các số được giả định được biến đổi bởi thuật ngữ “khoảng” và theo các phương án nhất định, tốt hơn là, bằng thuật ngữ “chính xác”. Như được sử dụng trong bản mô tả, liên quan đến lượng đã được đo, thuật ngữ “khoảng” dùng để chỉ sự thay đổi về lượng đã được đo như mong đợi của người có hiểu biết trung bình thực hiện phép đo và tiến hành ở mức thận trọng tương xứng với mục đích của phép đo và độ chính xác của thiết bị đo được sử dụng. Trong bản mô tả này, “lên đến” con số (ví dụ, lên đến 50) bao gồm cả số này (ví dụ, 50).

Ngoài ra, trong bản mô tả này, phần trích dẫn về các khoảng trị số bằng các điểm đầu mút bao gồm tất cả các số được gộp vào trong khoảng đó cũng như các điểm đầu mút (ví dụ, khoảng trị số nằm trong khoảng từ 1 đến 5 bao gồm 1, 1,5, 2, 2,75, 3, 3,80, 4, 5, v.v.).

Thuật ngữ “nhiệt độ trong phòng” dùng để chỉ nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 25°C hoặc từ 22°C đến 25°C.

Trong bản mô tả này, khi một nhóm có mặt nhiều hơn một lần trong công thức được nêu trong bản mô tả này, thì mỗi nhóm được chọn “độc lập”, cho dù có nêu cụ thể hay không. Ví dụ, khi nhiều hơn một nhóm Q có mặt trong công thức, thì mỗi nhóm Q được chọn độc lập. Ngoài ra, các nhóm phụ được chứa trong các nhóm này cũng được chọn độc lập.

Phần tóm tắt nêu trên của sáng chế không được dự định để mô tả mỗi phương án được bộc lộ hoặc mỗi bước tiến hành của sáng chế. Phần mô tả này sau đó sẽ minh họa cụ thể hơn các phương án được nêu làm ví dụ. Trong một số phần trong toàn bộ bản mô tả, phần hướng dẫn được cung cấp thông qua danh sách các ví dụ, các ví dụ này có thể được sử dụng theo các cách kết hợp khác nhau. Trong mỗi trường hợp, danh sách đã trích dẫn chỉ nên được hiểu là một nhóm đại diện và không nên được hiểu là chỉ gồm duy nhất một danh sách đó.

Sáng chế đề xuất phương pháp xử lý lớp nền sợi sử dụng chế phẩm xử lý không chứa flo.

Chế phẩm xử lý theo sáng chế là hữu ích để xử lý lớp nền sợi để làm tăng khả năng chống thấm ướt của lớp nền. Trong bản mô tả này, lớp nền có khả năng chống

thấm ướt nếu nó chứng minh cấp phun tia ban đầu tối thiểu ít nhất bằng 80, như được xác định bằng thử nghiệm cấp phun tia được mô tả trong phần các ví dụ. Theo các phương án nhất định, cấp phun tia ban đầu ít nhất là 90, hoặc ít nhất là 100, như được xác định bằng thử nghiệm cấp phun tia được mô tả trong phần các ví dụ.

Theo các phương án nhất định, lớp nền sợi được xử lý để cho chúng trở thành chất kỵ nước bền. Trong bản mô tả này, lớp nền có khả năng chống thấm ướt bền nếu nó chứng minh cấp phun tia bằng ít nhất là 50 sau 10 lần giặt, như được xác định bằng thử nghiệm cấp phun tia với các lần giặt (và số lần giặt tùy ý), được mô tả trong phần các ví dụ. Theo các phương án nhất định, cấp phun tia ít nhất là 80 sau 10 lần giặt, hoặc ít nhất là 80 sau 20 lần giặt, như được xác định bằng thử nghiệm cấp phun tia với các lần giặt (và sấy khô tùy ý), được mô tả trong phần các ví dụ.

Thông thường, lượng chế phẩm xử lý được sử dụng để thu được cấp phun tia ban đầu mong muốn và/hoặc cấp phun tia mong muốn sau khi giặt nhiều lần. Theo các phương án nhất định, lượng chế phẩm xử lý ít nhất là 0,1 phần trăm trọng lượng (% trọng lượng), hoặc ít nhất là 0,2% trọng lượng, hoặc ít nhất là 0,3% trọng lượng SOF (các chất rắn trên vải). Theo các phương án nhất định, lượng chế phẩm xử lý lên đến 2% trọng lượng, hoặc lên đến 1,5% trọng lượng, hoặc lên đến 1% trọng lượng SOF (các chất rắn trên vải).

Các lớp nền sợi được nêu làm ví dụ bao gồm vải sợi, da thuộc, thảm, giấy, và vải không dệt.

Chế phẩm xử lý theo sáng chế có thể ở dạng cô, có thể chứa nước với lượng lên đến 80 phần trăm trọng lượng (% trọng lượng), dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm xử lý cô. Theo cách khác, chế phẩm xử lý theo sáng chế có thể ở dạng chế phẩm trộn sẵn, có thể chứa nước với lượng nhiều hơn 80% trọng lượng, hoặc ít nhất là 85% trọng lượng nước, hoặc ít nhất là 90% trọng lượng, hoặc ít nhất là 95% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm xử lý trộn sẵn. Theo các phương án nhất định, chế phẩm xử lý trộn sẵn theo sáng chế chứa nước với lượng từ 98 đến 99% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm xử lý trộn sẵn.

Chế phẩm xử lý theo sáng chế chứa một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một

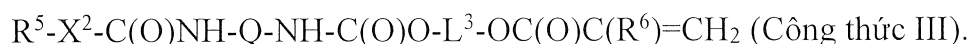
(thường là, một) nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một (thường là, một) nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon (và theo một số phương án, lên đến 60 nguyên tử cacbon). Hợp chất polyme như vậy có thể là homopolyme hoặc copolyme (bao gồm terpolyme, tetrapolyme, và các polyme tương tự).

Theo các phương án nhất định, hợp chất polyme như vậy bao gồm ít nhất là 10 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 20 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 30 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 50 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 100 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 200 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 300 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 400 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 500 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 600 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 700 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 800 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 900 đơn vị lặp, hoặc ít nhất là 1000 đơn vị lặp. Theo các phương án nhất định, hợp chất polyme như vậy bao gồm lên đến 10000 đơn vị lặp.

Theo các phương án nhất định, hợp chất polyme như vậy có trọng lượng phân tử trung bình bằng ít nhất là 3000 Dalton, hoặc ít nhất là 10000 Dalton, hoặc ít nhất là 20000 Dalton. Theo các phương án nhất định, hợp chất polyme như vậy có trọng lượng phân tử trung bình lên đến 200000 Dalton. Theo các phương án nhất định, hợp chất polyme như vậy có trọng lượng phân tử trung bình lên đến 500000 Dalton.

Monome (met)acrylat và phản ứng polyme hóa của chúng

Theo các phương án nhất định, monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một (thường là, một) nhóm thu được từ isoxyanat (ví dụ, nhóm uretan hoặc nhóm urê) và ít nhất một (thường là, một) nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon (và theo một số phương án, lên đến 60 nguyên tử cacbon) có ít nhất một trong các công thức sau đây:



Trong các công thức I, II, và III, R^1 , R^3 , và R^5 độc lập là nhóm hydrocacbon có từ 16 đến 60 nguyên tử cacbon (theo các phương án nhất định, từ 16 đến 30 nguyên tử cacbon). Các ví dụ về nhóm hydrocacbon thích hợp bao gồm nhóm hexadexyl (C16), nhóm octadexyl (C18), nhóm arachidyl (C20), nhóm behenyl (C22), nhóm lignoxeryl (C24), nhóm xeryl (C26), nhóm montanyl (C28), nhóm myrixyl (C30), nhóm 2-

dodexylhexadexyl (mạch nhánh C28), nhóm 2-tetradexyloctadexyl (mạch nhánh C32), và các nhóm alkyl mạch thẳng dài có từ 30 đến 60 nguyên tử cacbon (có sẵn dưới nhãn hàng UNILIN). Theo các phương án nhất định, R^3 và R^5 là nhóm hydrocacbon mạch nhánh. Theo các phương án nhất định, R^1 , R^3 , và R^5 độc lập là nhóm octadexyl hoặc behenyl.

Trong các công thức I, II, và III, R^2 , R^4 , và R^6 độc lập là H hoặc CH_3 .

Trong các công thức I, II, và III, L^1 , L^2 , và L^3 độc lập là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon, nhóm alylen (theo các phương án nhất định, nhóm alylen có từ 5 đến 12 nguyên tử cacbon), hoặc hỗn hợp của chúng. Các ví dụ về nhóm alkylen như vậy bao gồm $-CH_2CH_2-$, $-CH_2CH_2CH_2-$, $-CH_2CH_2CH_2CH_2-$, và các nhóm tương tự. Các ví dụ về nhóm alylen như vậy bao gồm phenyl, naphtyl, và các nhóm tương tự. Các ví dụ về các hỗn hợp của các nhóm alkylen và alylen bao gồm benzyl, etylphenyl, và các nhóm tương tự. Theo các phương án nhất định, L^1 , L^2 , và L^3 độc lập là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon. Theo các phương án nhất định, L^1 , L^2 , và L^3 độc lập được chọn từ nhóm etylen, nhóm butylen, hoặc nhóm propylen.

Trong các công thức II và III, X^1 và X^2 độc lập là O, S, $-NH$, hoặc $-N(R^7)$, trong đó R^7 là nhóm hydrocacbon (theo các phương án nhất định, nhóm alkyl) có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về nhóm hydrocacbon R^7 bao gồm các nhóm alkyl như metyl, etyl, dexyl, octadexyl, và các nhóm tương tự.

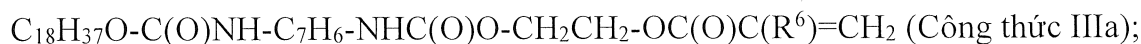
Trong công thức III, Q là gốc isoxyanat hóa trị hai (tức là, diisoxyanat béo hoặc thơm mà không có 2 nhóm chức isoxyanat). Các ví dụ về các gốc hóa trị hai isoxyanat bao gồm 2,4-toluenyl và 4,4'-metylenbis(phenyl).

Các ví dụ về monome (met)acrylat thích hợp có công thức I bao gồm sản phẩm phản ứng của stearylisoxyanat với 2-hydroxyetyl(met)acrylat (tức là, $C_{18}H_{37}-NHC(O)O-CH_2CH_2-OC(O)C(R^2)=CH_2$), trong đó R^2 là H hoặc $-CH_3$), sản phẩm phản ứng của stearyl isoxyanat với 3-hydroxypropyl(met)acrylat, và sản phẩm phản ứng của stearylisoxyanat với 4-hydroxybutyl(met)acrylat.

Các ví dụ về monome (met)acrylat thích hợp có công thức II bao gồm sản phẩm phản ứng của isoxyanatoethyl(met)acrylat với rượu stearyl (tức là, $C_{18}H_{37}-OC(O)NH-CH_2CH_2-OC(O)C(R^4)=CH_2$), trong đó R^4 là H hoặc $-CH_3$), sản phẩm phản ứng của isoxyanatoethyl(met)acrylat với rượu behenyl, sản phẩm phản ứng của isoxyanatoethyl(met)acrylat với 2-tetradexyloctadecanol, và sản phẩm phản ứng của isoxyanatoethyl(met)acrylat với octadexylamin.

Các ví dụ về monome (met)acrylat thích hợp có công thức III bao gồm sản phẩm phản ứng của 2,4-toluen diisoxyanat (TDI) với rượu stearyl và 2-hydroxyethyl(met)acrylat (tức là, $C_{18}H_{37}-OC(O)NH-C_7H_6NHC(O)OCH_2CH_2-OC(O)CR^6=CH_2$), trong đó R^6 là H hoặc $-CH_3$), sản phẩm phản ứng của TDI với rượu stearyl và 3-hydroxypropyl(met)acrylat, sản phẩm phản ứng của TDI với rượu stearyl và 4-hydroxybutyl(met)acrylat, sản phẩm phản ứng của TDI với rượu behenyl và 2-hydroxyethyl(met)acrylat, và các sản phẩm tương tự.

Theo các phương án nhất định, monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một (thường là, một) nhóm thu được từ isoxyanat (ví dụ, nhóm uretan hoặc nhóm urê) và ít nhất một (thường là, một) nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon có ít nhất một trong số các công thức sau đây:



trong đó R^2 , R^4 , và R^6 độc lập là H hoặc CH_3 .

Các hợp chất có công thức Ia nằm trong phạm vi của các hợp chất có công thức I. Các hợp chất có công thức IIa nằm trong phạm vi của các hợp chất có công thức II. Các hợp chất có công thức IIIa nằm trong phạm vi của các hợp chất có công thức III, trong đó Q trong công thức III là gốc isoxyanat ($-C_7H_6-$) thu được từ 2,4-toluendiisoxyanat.

Các kỹ thuật và điều kiện để tạo thành monome (met)acrylat được nêu trong bản mô tả này sẽ được biết rõ bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật này. Việc điều chế uretan monome (met)acrylat đã cho được thể hiện trong phần các ví dụ. Ví dụ, chất phản ứng monome (met)acrylat thích hợp (ví dụ, hydroxy etyl acrylat) và

chất phản ứng với isoxyanat (ví dụ, steraryl isoxyanat) có thể được kết hợp khi có hoặc không có chất xúc tác thích hợp.

Chất xúc tác ở lượng thích hợp (ví dụ, 500 phần triệu) có thể được sử dụng, nhưng không bắt buộc (cụ thể nếu nhiệt độ cao hơn được sử dụng). Các chất xúc tác được nêu làm ví dụ bao gồm dibutyl tindilaurat (DBTDL) và bismut neodecanoat (ví dụ, Shepherd Bicat 8108M, ABCR Bismut (III) neodecanoat, loại chất siêu dẫn, khoảng 60% trong axit neodecanoic (15-20% Bi), hoặc Strem Chemicals Bismut (III) neodecanoat, loại chất siêu dẫn, khoảng 60% trong axit neodecanoic (15-20% Bi)).

Phản ứng để tạo ra (met)acrylat bằng nhóm thu được từ isoxyanat thường có thể được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 100°C, hoặc từ 70°C đến 100°C, hoặc từ 75°C đến 95°C tốt hơn là trong các điều kiện khô (ví dụ, không khí khô). Nếu không có chất xúc tác được sử dụng, thì nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 70°C đến 100°C được ưu tiên. Thông thường, phản ứng này được tiến hành trong thời gian từ 1 đến 24 giờ, hoặc từ 4 đến 15 giờ.

Một hoặc nhiều monome (met)acrylat bao gồm nhóm thu được từ isoxyanat (ví dụ, nhóm uretan hoặc nhóm urê) và nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon (và theo một số phương án, lên đến 60 nguyên tử cacbon) có thể được sử dụng trong các hỗn hợp khác nhau để tạo ra hợp chất polyme theo sáng chế. Do đó, hợp chất polyme có thể là homopolyme hoặc copolyme.

Theo các phương án nhất định, polyme tạo thành bao gồm ít nhất là 70%, hoặc ít nhất là 80%, hoặc ít nhất là 85%, hoặc ít nhất là 90%, trọng lượng của các monome tổng số, hoặc tất cả các đơn vị lặp, bao gồm ít nhất một (thường là, một) nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một (thường là, một) nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon (và theo các phương án nhất định, lên đến 60 nguyên tử cacbon, hoặc lên đến 30 nguyên tử cacbon).

Theo các phương án nhất định, ít nhất là 70% trọng lượng, hoặc ít nhất là 80% trọng lượng, hoặc ít nhất là 85% trọng lượng, hoặc ít nhất là 90% trọng lượng, theo trọng lượng của monome tổng số, hoặc tất cả các monome, được sử dụng để tạo thành các polyme là monome (met)acrylat.

Được chỉ ra theo cách khác, theo các phương án nhất định, ít nhất là 70%, hoặc ít nhất là 80%, hoặc ít nhất là 85%, hoặc ít nhất là 90%, theo trọng lượng của một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một nhóm hydrocacbon có từ 16 đến 60 nguyên tử cacbon.

Theo các phương án nhất định, monome không bão hòa etylen khác có thể được copolyme hóa với monome (met)acrylat không bão hòa etylen với các nhóm hydrocacbon và các nhóm thu được từ isoxyanat. Ví dụ, theo các phương án nhất định, hỗn hợp phản ứng để tạo thành một hoặc nhiều hợp chất polyme bổ sung bao gồm (met)acrylat tăng cường độ bền. Theo các phương án nhất định, (met)acrylat tăng cường độ bền tạo ra một hoặc nhiều hợp chất polyme với các nhóm tăng cường độ bền được chọn từ các nhóm isoxyanat được che, nhóm epoxy, nhóm clohydroxypropyl, nhóm hydroxyalkyl, nhóm N-metylol, nhóm axetoaxetoxyalkyl, và hỗn hợp của chúng.

Các monome khác có thể được copolyme hóa với monome (met)acrylat không bão hòa etylen với các nhóm hydrocacbon và các nhóm thu được từ isoxyanat, bao gồm, ví dụ:

a) monome có các công thức I, II, và III, trong đó R^1 , R^3 , và R^5 là các nhóm hydrocacbon chứa từ 1 đến 15 nguyên tử cacbon (các monome này bao gồm sản phẩm phản ứng của butylisoxyanat với 2-hydroxyetyl(met)acrylat, sản phẩm phản ứng của butylisoxyanat với 3-hydroxypropyl(met)acrylat, và sản phẩm phản ứng của 4-hydroxybutyl(met)acrylat với butylisoxyanat);

b) monome không bão hòa etylen khác như hydrocacbon olefin (bao gồm isopren, butadien, hoặc clopren), vinyl, alyl hoặc vinyliden-halogenua (bao gồm vinyliden clorua hoặc vinyl clorua), styren và các dẫn xuất của nó, vinyl este (bao gồm vinylaxetat), alyleste (bao gồm alylaxetat), alkylvinyl, hoặc alkylalylete (bao gồm octadexylvinylete), nitril (bao gồm acrylonitril), maleat hoặc itaconat este (bao gồm di-octadexylitaconat), và (met)acrylamit (bao gồm octadexylacrylamit);

c) (met)acrylat không có nhóm liên kết isoxyanat và nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 cacbon, như octadexyl acrylat, octadexyl metacrylat, behenyl acrylat, và các nhóm tương tự;

d) (met)acrylat không có nhóm liên kết thu được từ isoxyanat và nhóm hydrocacbon có ít hơn 16 nguyên tử cacbon bao gồm 2-hydroxyetylacrylat, metyl (met)acrylat, butyl(met)acrylat, etylhexyl(met)acrylat, dodexyl(met)acrylat, và các nhóm tương tự; và

e) (met)acrylat tăng cường độ bền chứa nhóm chức mà có khả năng trải qua các phản ứng khác, như phản ứng liên kết ngang, phản ứng tạo cấu trúc dạng lưới, phản ứng xử lý, ghép, và phản ứng tương tự (các monome như vậy tăng cường độ bền của khả năng chống thấm ướt của hợp chất polyme và bao gồm glycidyl metacrylat, allyl metacrylat, N-metylol acrylamit, 3-clo-2-hydroxy propyl(met)acrylat, sản phẩm phản ứng của AOI với 2-butanonoxim, và hợp chất tương tự).

Theo các phương án nhất định, các hợp chất polyme tạo thành có thể được điều chế bằng phản ứng polyme hóa gốc tự do của (i) một hoặc nhiều (met)acrylat có nhóm thu được từ isoxyanat và mạch hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon, (ii) một hoặc nhiều (met)acrylat có nhóm thu được từ isoxyanat và mạch hydrocacbon có ít hơn 16 nguyên tử cacbon, (iii) một hoặc nhiều (met)acrylat không có nhóm thu được từ isoxyanat nhưng có mạch hydrocacbon có ít nhất là 16 nguyên tử cacbon, (iv) một hoặc nhiều (met)acrylat không có nhóm thu được từ isoxyanat nhưng có mạch hydrocacbon có ít hơn 16 nguyên tử cacbon, và (v) một hoặc nhiều (met)acrylat chứa nhóm chức mà có khả năng trải qua các phản ứng khác, với điều kiện là lượng (met)acrylat có nhóm thu được từ isoxyanat và có ít nhất 16 nguyên tử cacbon ít nhất là 70% trọng lượng, hoặc ít nhất là 80% trọng lượng, hoặc ít nhất là 85% trọng lượng, hoặc ít nhất là 90% trọng lượng, hoặc tốt hơn là 100% trọng lượng của tổng lượng monome.

Ví dụ, theo một phương án (như được minh họa bằng ví dụ 7), hợp chất polyme là hợp chất thu được từ phản ứng co-polyme hóa của “SA-AOI” uretan acrylat, có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^3 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^4 là H;

L^2 là nhóm alkylen có 2 nguyên tử cacbon; và

X^1 là O;

và “AOI-MEKO” uretan acrylat, là acrylat tăng cường độ bền với các nhóm isoxyanat được che.

Các từ viết tắt trong bản mô tả này, như HOEA, SI, AOI, MOI, v.v..., đều được sử dụng để chỉ các chất phản ứng (ví dụ, monome) và các gốc tương ứng trong các polyme do sự polyme hóa.

Để điều chế các hợp chất polyme, chất khơi mào gốc tự do có thể được sử dụng để khởi đầu phản ứng polyme hóa. Chất khơi mào gốc tự do bao gồm các hợp chất đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và bao gồm, cụ thể, các hợp chất azo như 2,2'-azobis(2-metylbutyronitril), 2,2'-azobisisobutyronitril (AIBN) và 2,2'-azobis(2-xyanopentan), và các hợp chất tương tự, hydroperoxit như cumen, t-butyl và t-amyl-hydroperoxit, và các hợp chất tương tự, peroxyeste như t-butylperbenzoat, di-t-butylperoxyphtalat, và các hợp chất tương tự, và diaxylperoxit như benzoyl peroxit, lauroyl peroxit, và các hợp chất tương tự.

Phản ứng polyme hóa có thể được tiến hành trong các loại dung môi khác nhau thích hợp đối với các phản ứng gốc tự do hữu cơ. Các ví dụ về các dung môi thích hợp bao gồm hydrocacbon béo và vòng béo (ví dụ, hexan, heptan, xyclohexan), ete (ví dụ, dietylete, glym, diglym, diisopropyl ete), este (ví dụ, etylaxetat, butylaxetat), keton (ví dụ, axeton, metyletyl keton, metyl isobutyl keton), và hỗn hợp của chúng.

Phản ứng polyme hóa cũng có thể được thực hiện trong môi trường nước, như trong phản ứng polyme hóa nhũ tương, bằng cách sử dụng các chất nhũ hóa và chất khơi mào thích hợp đã biết bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật này. Chất nhũ hóa bao gồm chất hoạt động bề mặt không ion, cation, lưỡng tính, hoặc anion, như natri alkylsulphonat, natri alkylbenzensulphonat, natri dialkylsulphosuccinat, sản phẩm cộng (C12-C18)alkylalcohol-etylenoxit, polyetoxylatdnonylphenol, hoặc amonietoxylat bậc bốn alkyl.

Phản ứng polyme hóa có thể được thực hiện ở nhiệt độ thích hợp để tiến hành phản ứng polyme hóa gốc tự do. Nhiệt độ và dung môi cụ thể để sử dụng có thể được

lựa chọn dễ dàng bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật này dựa trên các yếu tố như độ tan của các chất phản ứng, nhiệt độ cần thiết để sử dụng chất khơi mào cụ thể, trọng lượng phân tử mong muốn, và các yếu tố tương tự. Trong khi trong thực tế không cần liệt kê nhiệt độ cụ thể thích hợp đối với tất cả các chất khơi mào và tất cả các dung môi, nhiệt độ thích hợp thông thường là 30°C và 150°C. Theo các phương án nhất định, nhiệt độ này là 55°C và 90°C, hoặc 75°C và 80°C. Thời gian phản ứng thường nằm trong khoảng từ 1 đến 24 giờ, và thường nằm trong khoảng từ 4 đến 15 giờ.

Chế phẩm xử lý

Chế phẩm xử lý chứa một hoặc nhiều hợp chất polyme theo sáng chế được sử dụng làm chế phẩm nền nước, cụ thể là, chất phân tán nền nước trong nước.

Sau khi hoàn thành phản ứng polyme hóa, hỗn hợp phản ứng cuối cùng có thể được phân tán trong nước sử dụng chất hoạt động bề mặt hoặc hỗn hợp của các chất hoạt động bề mặt với lượng đủ để làm ổn định chất phân tán. Hợp chất polyme thường được tạo thành trong dung dịch trong dung môi. Chúng có thể được phân tán trong nước bằng cách trộn và đồng hóa kỹ với sự hỗ trợ của chất hoạt động bề mặt hoặc chất nhũ hóa và bước đồng hóa sau đó, ví dụ, bằng máy đồng hóa Manton Gaulin hoặc máy đồng hóa siêu âm. Chất phân tán không chứa dung môi hữu cơ có thể thu được bằng bước chưng cất dung môi sau đó.

Chất phân tán điển hình sẽ chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 20000 phần trọng lượng dựa trên 100 phần trọng lượng của hợp chất polyme hoặc hỗn hợp của các hợp chất này. Chất hoạt động bề mặt hoặc hỗn hợp của các chất hoạt động bề mặt tốt hơn là có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 25 phần trọng lượng, hoặc từ 5 đến 15 phần trọng lượng, dựa trên 100 phần trọng lượng của các hợp chất polyme hoặc hỗn hợp của các hợp chất này.

Chế phẩm xử lý theo sáng chế có thể chứa các chất hoạt động bề mặt cation, không ion, anion, và/hoặc lưỡng tính (tức là, lưỡng tính) thông thường (tức là, chất nhũ hóa). Hỗn hợp của các chất hoạt động bề mặt có thể được sử dụng, ví dụ, chứa các chất hoạt động bề mặt ion và không ion. Các chất hoạt động bề mặt không ion thích hợp có thể có trị số HLB cao hoặc thấp, như TERGITOL, TWEEN, và các chất tương tự. Các chất hoạt động bề mặt cation thích hợp bao gồm các muối amoni một hoặc hai phân

cuối. Chất hoạt động bề mặt anion thích hợp bao gồm các hợp chất béo sulfonic và carboxylic và muối của chúng, như natri dodecylbenzenesulphonat (có sẵn từ Rhodia, France), và các hợp chất tương tự. Các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính thích hợp bao gồm cocobetain, sulphobetain, amin-oxit, và các chất hoạt động bề mặt tương tự.

Theo các phương án nhất định, các chất hoạt động bề mặt thích hợp để sử dụng trong chế phẩm xử lý theo sáng chế được mô tả trong công bố đơn quốc tế số WO 2013/162704.

Chế phẩm xử lý theo sáng chế có thể chứa ít nhất một sáp parafin. Theo các phương án nhất định, sáp parafin có nhiệt độ nóng chảy nằm trong khoảng từ 40°C đến 75°C. Theo các phương án nhất định, sáp parafin có nhiệt độ nóng chảy nằm trong khoảng từ 60°C đến 75°C.

Khi có mặt trong chế phẩm xử lý của sáng chế, tổng lượng của một hoặc nhiều sáp parafin với lượng nằm trong khoảng từ 30% trọng lượng đến 70% trọng lượng, và tổng lượng của một hoặc nhiều hợp chất polyme với lượng nằm trong khoảng từ 30% trọng lượng đến 70% trọng lượng. Theo các phương án nhất định, tổng lượng của một hoặc nhiều sáp parafin với lượng nằm trong khoảng từ 50% trọng lượng đến 70% trọng lượng, và tổng lượng của một hoặc nhiều hợp chất polyme với lượng nằm trong khoảng từ 30% trọng lượng đến 50% trọng lượng. Các lượng này dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm xử lý (dưới dạng pha sẵn hoặc dạng cô).

Ngoài ra, chế phẩm xử lý theo sáng chế có thể còn bao gồm một hoặc nhiều dung môi kết tụ, dung môi chống kết đông, chất nhũ hóa, hoặc chất ổn định chống lại một hoặc nhiều vi sinh vật.

Các phương án được nêu làm ví dụ

Phương án 1 là phương pháp xử lý lớp nền sợi, phương pháp này bao gồm bước phủ chế phẩm xử lý không chứa flo với lượng đủ để tạo ra khả năng chống thấm ướt của lớp nền sợi, trong đó chế phẩm xử lý này chứa:

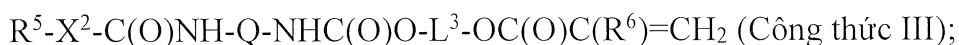
một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon.

Phương án 2 là phương pháp theo phương án 1, trong đó một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một nhóm hydrocacbon có từ 16 đến 60 nguyên tử cacbon.

Phương án 3 là phương pháp theo phương án 1 hoặc 2, trong đó ít nhất 70% trọng lượng của một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một nhóm hydrocacbon có từ 16 đến 60 nguyên tử cacbon.

Phương án 4 là phương pháp theo phương án 3, trong đó ít nhất là 85% trọng lượng của một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một nhóm hydrocacbon có từ 16 đến 60 nguyên tử cacbon.

Phương án 5 là phương pháp theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 4, trong đó chế phẩm xử lý này chứa một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một monome (met)acrylat có nhất một trong các công thức sau đây:



trong đó:

R^1 , R^3 , và R^5 độc lập là nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon (và theo một số phương án, lên đến 60 nguyên tử cacbon) (theo các phương án nhất định, R^3 và R^5 là nhóm hydrocacbon mạch nhánh);

R^2 , R^4 , và R^6 độc lập là H hoặc CH_3 ;

L^1 , L^2 , và L^3 độc lập là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon, nhóm arylen (theo các phương án nhất định, nhóm arylen có từ 5 đến 12 nguyên tử cacbon), hoặc hỗn hợp của chúng;

X^1 và X^2 độc lập là O, S, -NH, hoặc -N(R^7), trong đó R^7 là nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon; và

Q là gốc isoxyanat.

Phương án 6 là phương pháp theo phương án 5, trong đó R^1 , R^3 , và R^5 độc lập là nhóm hydrocacbon có từ 16 đến 60 nguyên tử cacbon.

Phương án 7 là phương pháp theo phương án 6, trong đó R^1 , R^3 , và R^5 độc lập là nhóm octadexyl hoặc nhóm behenyl.

Phương án 8 là phương pháp theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 5 đến 7, trong đó L^1 , L^2 , và L^3 độc lập là nhóm alkylen có từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon.

Phương án 9 là phương pháp theo phương án 8, trong đó L^1 , L^2 , và L^3 độc lập được chọn từ nhóm etylen, nhóm butylen, hoặc nhóm propylen.

Phương án 10 là phương pháp theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 9, trong đó nhóm thu được từ isoxyanat có trong monome (met)acrylat là nhóm uretan hoặc nhóm urê.

Phương án 11 là phương pháp theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 10, trong đó một hoặc nhiều hợp chất polyme có trọng lượng phân tử trung bình bằng ít nhất là 3000 Dalton, hoặc từ 3000 Dalton đến 500000 Dalton, hoặc từ 3000 Dalton đến 200000 Dalton.

Phương án 12 là phương pháp theo phương án 11, trong đó một hoặc nhiều hợp chất polyme có trọng lượng phân tử trung bình bằng ít nhất là 10000 Dalton, hoặc từ 10000 Dalton đến 500000 Dalton, hoặc từ 10000 Dalton đến 200000 Dalton.

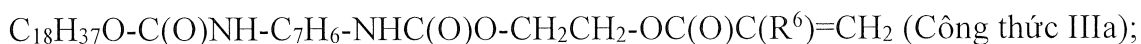
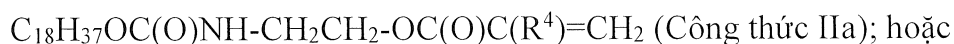
Phương án 13 là phương pháp theo phương án 12, trong đó một hoặc nhiều hợp chất polyme có trọng lượng phân tử trung bình bằng ít nhất là 20000 Dalton, hoặc từ 20000 Dalton đến 500000 Dalton, hoặc từ 20000 Dalton đến 200000 Dalton.

Phương án 14 là phương pháp theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 13, trong đó một hoặc nhiều hợp chất polyme có trung bình ít nhất là 10 đơn vị lặp (hoặc ít nhất là 20 đơn vị lặp) của ít nhất một monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một

nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon (và theo một số phương án, lên đến 60 nguyên tử cacbon).

Phương án 15 là phương pháp xử lý lớp nền sợi, phương pháp này bao gồm bước phủ chế phẩm xử lý không chứa flo với lượng đủ để tạo ra khả năng chống thấm ướt của lớp nền sợi, trong đó chế phẩm xử lý này chứa:

một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một (met)acrylat có ít nhất một trong số các công thức sau đây:



trong đó R^2 , R^4 , và R^6 độc lập là H hoặc CH_3 .

Phương án 16 là phương pháp theo phương án 15, trong đó một hoặc nhiều hợp chất polyme có trọng lượng phân tử trung bình bằng ít nhất là 3000 Dalton, hoặc từ 3000 Dalton đến 500000 Dalton, hoặc từ 3000 Dalton đến 200000 Dalton.

Phương án 17 là phương pháp theo phương án 15 hoặc 16, trong đó một hoặc nhiều hợp chất polyme có trung bình ít nhất là 10 đơn vị lặp của ít nhất một (met)acrylat.

Phương án 18 là phương pháp theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 17, trong đó hỗn hợp phản ứng để tạo ra một hoặc nhiều hợp chất polyme bổ sung bao gồm (met)acrylat tăng cường độ bền.

Phương án 19 là phương pháp theo phương án 18, trong đó (met)acrylat tăng cường độ bền cung cấp một hoặc nhiều hợp chất polyme với nhóm tăng cường độ bền được chọn từ các nhóm isoxyanat được che, nhóm epoxy, nhóm clohydroxypropyl, nhóm hydroxyalkyl, các nhóm N-metylol, nhóm axetoaxetoxyalkyl, và hỗn hợp của chúng.

Phương án 20 là phương pháp theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 19, trong đó chế phẩm này ở dạng chất phân tán nền nước tùy ý chứa một hoặc

nhiều chất phụ gia được chọn từ chất hoạt động bề mặt, dung môi kết tụ, dung môi chống kết đông, chất nhũ hóa, hoặc chất ổn định chống lại một hoặc nhiều vi sinh vật.

Phương án 21 là phương pháp theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 20, trong đó lớp nền sợi được chọn từ nhóm bao gồm vải sợi, da thuộc, thảm, giấy, và vải không dệt.

Phương án 22 là lớp nền sợi được xử lý bằng phương pháp theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 21.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Mục đích và ưu điểm của sáng chế còn được minh họa bằng các ví dụ sau đây, nhưng vật liệu và lượng cụ thể của chúng được trích dẫn trong các ví dụ này, cũng như các điều kiện và chi tiết khác, không nên được hiểu là để giới hạn sáng chế. Các ví dụ này dường như chỉ nhằm mục đích minh họa và không được hiểu là giới hạn phạm vi của các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Danh sách các vật liệu

Vật liệu	Mô tả	Nguồn
ODA	octadexyl acrylat, monome	Sigma-Aldrich, Belgium
ODMA	octadexyl metacrylat, monome	Sigma-Aldrich, Belgium
BMA	behenyl metacrylat (C18-C22), monome	Sigma-Aldrich, Belgium
BA	behenyl acrylat (C18-C22), monome	Sigma-Aldrich, Belgium
VCI2	1,1-dicloeten	Sigma-Aldrich, Belgium
NMAM	N-metylolacrylamit	Sigma-Aldrich, Belgium
V-59	2,2'-azobis(2-metylbutyronitril), chất khơi mào	Có bán trên thị trường dưới tên thương mại "VAZO V-59" từ Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Germany
etylaxetat	etylaxetat, dung môi	Sigma-Aldrich, Belgium
SA	Rượu stearyl, chất phản ứng	Sigma-Aldrich, Belgium
DBTDL	Dibutyltin dilaurat, chất xúc tác	Sigma-Aldrich, Belgium
AOI	Isoxyanatoethylacrylat	Showa Denko, Japan
MOI	Isoxyanatoethylmetacrylat	Showa Denko, Japan
MEKO	2-butanonoxim, chất chặn	Sigma-Aldrich, Belgium
Ethoquad C-12	Coco amin etoxylat được thể bốn bậc, chất nhũ hóa	Có bán trên thị trường dưới tên thương mại "Ethoquad C-12" từ Akzo Nobel, Stenungsund,

		Sweden
Tergitol TMN-6	Chất nhũ hóa không ion	Dow Chemical, Midland, MI
Tergitol 15-S-30	Chất nhũ hóa không ion	Dow Chemical, Midland, MI
Armocare VGH-70	Chất nhũ hóa quat dựa trên este, dipalmitoyl ethyl dimoni clorua	Có bán trên thị trường từ AkzoNobel, Chicago, IL
stearyl isoxyanat (SI)	octadexyl isoxyanat	Sigma-Aldrich, Belgium
HOEA	2-hydroxyethyl acrylat, monome	Sigma-Aldrich, Belgium
HOEMA	2-hydroxyethyl metacrylat, monome	Sigma-Aldrich, Belgium
HOBA	4-hydroxybutyl acrylat, monome	Sigma-Aldrich, Belgium
HOPA	3-hydroxypropyl acrylat, monome	Sigma-Aldrich, Belgium
TDI	2,4-toluen diisoxyanat	Có bán trên thị trường dưới tên thương mại "Desmodur T-100 TDI" từ Bayer MaterialScience AG, Leverkusen, Germany
BI-HOEA	Sản phẩm phản ứng của butyl isoxyanat và hydroxyethylacrylat	
Vi sợi PES	Vải polyeste	Chyang Sheng Dyeing and Finishing Company Ltd., Taiwan
Vi sợi PA	Sợi polyamit, kiểu 6145	Sofinal NV, Belgium
Rượu Guerbet 32	2-tetradexyloctadecanol	Có bán trên thị trường dưới tên thương mại "ISOVOL 32" từ Sasol, Germany
GMA	glycidylmetacrylat, metacrylat tăng cường độ bền	Sigma-Aldrich, Belgium

Phương pháp thử nghiệm

Cấp phun tia (SR)

Cấp phun tia của lớp nền đã xử lý là trị số chỉ báo khả năng chống thấm ướt động của lớp nền đã xử lý với nước mà tác động lên lớp nền đã xử lý. Khả năng chống thấm ướt được đo bằng phương pháp thử nghiệm 22-1996, được công bố trong tài liệu 2001 Technical Manual of the American Association of Textile Chemists and Colorists (AATCC), và được biểu hiện dưới dạng 'cấp phun tia' của chất nền thử nghiệm. Cấp phun tia thu nhận được bằng cách phun 250 mililit (mL) nước trên lớp nền từ chiều cao 15 xentimet (cm). Mẫu thấm ướt được đánh giá bằng mắt thường sử dụng thang từ 0 đến 100, trong đó 0 có nghĩa là ướt toàn bộ và 100 có nghĩa là không ướt chút nào. Cấp

phun tia được đo lần đầu và sau đó vải được giặt 5, 10, hoặc 20 lần (được chỉ định là 5L, 10L, hoặc 20L, một cách tương ứng).

Quy trình giặt bao gồm các bước đặt tấm từ 400 đến 900 cm² của lớp nền đã xử lý vào máy giặt (Miele Novotronic T490) cùng với mẫu có trọng lượng lớn (1,9 kilogam (kg) của 8-aoxơ vải). Chất tẩy thương mại (“Sapton,” có sẵn từ Henkel, Germany, 46 gam (g)) được bổ sung vào. Lớp nền và trọng lượng lớn mẫu được giặt bằng cách sử dụng chu trình giặt ngắn ở nhiệt độ 40°C, sau đó là chu trình giữ và ly tâm. Các mẫu không được sấy khô giữa các chu trình lặp lại. Sau khi đạt được số lượng chu trình yêu cầu, mẫu vải sợi được sấy khô trong máy sấy quần áo Miele T-356, đặt chế độ “khô kiệt”, và được điều hòa qua đêm ở nhiệt độ trong phòng trước khi sấy khô.

Quy trình xử lý thông qua quy trình “đệm”

Trước khi phủ lên vải sợi, các chất phân tán polyme có 30% chất rắn được pha loãng với nước chung cất ở nồng độ bằng 20 gam/lít. Các quy trình xử lý được áp dụng trên lớp nền vải sợi, bằng cách ngâm lớp nền này trong chất phân tán xử lý và khuấy cho đến khi lớp nền được bão hòa. Lớp nền đã bão hòa này sau đó được chạy qua đệm/trục lăn để loại bỏ lượng dư chất phân tán và thu được phần trăm suất hút ẩm (Wet Pick Up - WPU) đã cho (WPU 100% có nghĩa là sau quy trình này, lớp nền hấp thụ 100% trọng lượng riêng của chất phân tán xử lý trước khi sấy khô). Polyeste màu xám sẫm và vải vi sợi polyamit xám được xử lý bằng các bể ngâm này (suất hút ẩm, xem các bảng). Các ví dụ từ 1 đến 5 và các ví dụ so sánh từ A đến E sau khi phủ dung dịch xử lý, vải sợi được sấy khô, và được sấy ở nhiệt độ cao, trong thời gian 2 phút ở nhiệt độ 150°C, và được điều hòa qua đêm. Vải được thử nghiệm về “cấp phun tia” của chúng. Đối với các ví dụ từ 7 đến 10, xem “các kết quả” đối với quy trình được cải biến.

Điều chế monome uretan acrylat dựa trên stearyl isoxyanat

Trong bình thót cổ phản ứng 3 cổ đáy tròn 1 lít có chứa 295,5 gam (g) stearyl isoxyanat (1 mol) được trộn với 116 g HOEA (2-hydroxyethyl acrylat) (1 mol). Ở nhiệt độ trong phòng, dung dịch trong được thu. Phản ứng được bắt đầu nhanh chóng sau khi bổ sung 5 giọt DBTDL, nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng được làm tăng tự phát, và vật liệu không hòa tan màu trắng bắt đầu tạo ra hỗn hợp. Nhiệt độ được tăng lên đến 80°C và phản ứng được tiếp tục trong thời gian 3 giờ ở nhiệt độ 80°C. Sau giai đoạn này, phở

FTIR cho thấy tất cả các NCO đều biến mất. Cấu trúc của vật liệu cuối cùng được xác nhận bởi NMR là $C_{18}H_{37}NHC(O)OCH_2CH_2OC(O)CH=CH_2$. Ở nhiệt độ trong phòng, vật liệu dạng sáp rắn cứng được thu dưới dạng “SI-HOEA.”

Với cùng quy trình, stearyl isoxyanat được phản ứng với (met)acrylat có chức hydroxy khác nhau: 2-hydroxyetyl metacrylat (tạo thành “SI-HEMA”), 4-hydroxybutyl acrylat (tạo thành “SI-HOBA”), 3-hydroxypropyl acrylat (tạo thành “SI-HOPA”).

Điều chế monome uretan acrylat dựa trên rượu stearyl

Trong bình thót cổ phản ứng 3 cổ đáy tròn 1 lít, 270,5 g SA (1 mol) được trộn với 174,2 g TDI (1 mol) và 374 g etyl axetat (60% chất rắn). Nhiệt độ được tăng lên đến 40°C, và hỗn hợp trở nên trong, sự tỏa nhiệt tự phát đến nhiệt độ 50°C diễn ra, và một số vật liệu không hòa tan được tạo thành. Hỗn hợp sản phẩm được giữ ở nhiệt độ 45°C qua đêm và vật liệu không hòa tan một phần được thu. Sau đó, 116,1 g 2-hydroxyetyl acrylat (1 mol) và 3 giọt DBTDL được bổ sung vào. Nhiệt độ được tăng lên đến nhiệt độ hồi lưu trong thời gian 6 giờ. Sau phản ứng này, phổ FTIR cho thấy không có NCO trong hỗn hợp này. Vật liệu này sẽ được gọi là “SA-TDI-HOEA.”

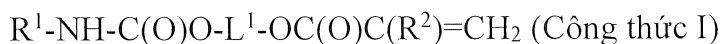
Trong bình thót cổ phản ứng 3 cổ đáy tròn 1 lít, 270,5 g SA (1 mol) được trộn với 141,12 g AOI (1 mol). Ở nhiệt độ xấp xỉ 60°C, thu được dung dịch trong, và 5 giọt DBTDL được bổ sung vào. Nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng được làm tăng tự phát. Nhiệt độ được giữ ở 80°C và phản ứng được tiếp tục trong thời gian 3 giờ ở nhiệt độ 80°C. Sau khoảng thời gian này, phổ FTIR cho thấy tất cả các NCO đều biến mất. Monome này sẽ được gọi là “SA-AOI.”

Với cùng một quy trình, SA (rượu stearyl) được phản ứng với MOI (2-isoxyanatoetyl metacrylat). Monome này sẽ được gọi là “SA-MOI.”

Các ví dụ từ 1 đến 5 và các ví dụ so sánh từ A đến E. Điều chế homopolyme uretan (met)acrylat

Trong chai thủy tinh, 60 g “SI-HOEA” được trộn với 90 g etylaxetat và 0,25 g chất khơi mào V-59. Chai này được thổi khí nitơ, được bịt kín, và được đặt qua đêm trong thiết bị thử nhuộm và độ bền màu được gia nhiệt trước ở nhiệt độ 75°C. Quy trình này tạo ra dung dịch polyme trong hơi vàng nhợt ở nhiệt độ 75°C. Dung dịch polyme

này sau đó được phân tán trong nước bằng cách trộn nó ở nhiệt độ 60°C với pha nước, gồm có 154 g nước được ngăn ion hóa (DI), 1,6 g Ethoquad C-12, 3,6 g Tergitol TMN-6, và 1,8 g Tergitol 15-S-30. Hỗn hợp trộn trước này sau đó được siêu âm bằng thiết bị siêu âm 'Branson Sonifier' trong thời gian 6 phút ở mức điều chỉnh tối đa. Sau đó, etylaxetat được loại bỏ bằng bước chưng cất chân không để tạo ra chất phân tán không chứa dung môi ổn định, mà được pha loãng đến 30% chất rắn với nước được ngăn ion hóa (nước DI). Vật liệu được gọi là “poly SI-HOEA” (EX1). Vật liệu EX1 là hợp chất thu được từ phản ứng polyme hóa của acrylat, trong đó acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^1 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^2 là H; và

L^1 là nhóm alkylen có 2 nguyên tử cacbon.

Thông qua cùng một quy trình nhũ hóa của chất phân tán polyme EX1 được tạo thành từ “SI-HOBA” (EX2). Vật liệu EX2 là hợp chất thu được từ phản ứng polyme hóa của acrylat, trong đó acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^1 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^2 là H; và

L^1 là nhóm alkylen có 4 nguyên tử cacbon.

Thông qua cùng một quy trình nhũ hóa của chất phân tán polyme EX1 được tạo thành từ “SI-HOPA” (EX3). Vật liệu EX3 là hợp chất thu được từ phản ứng polyme hóa của acrylat, trong đó acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^1 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^2 là H; và

L^1 là nhóm alkylen có 3 nguyên tử cacbon.

Thông qua cùng một quy trình nhũ hóa của chất phân tán polyme EX1 được tạo thành từ “SI-HOEMA” (EX4). Vật liệu EX4 là hợp chất thu được từ phản ứng polyme hóa của acrylat, trong đó acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



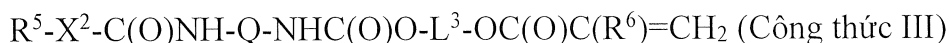
trong đó:

R^1 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^2 là CH_3 ; và

L^1 là nhóm alkylen có 2 nguyên tử cacbon.

Thông qua cùng một quy trình nhũ hóa của chất phân tán polyme EX1 được tạo thành từ “SA-TDI-HOEA” (EX5). Vật liệu EX5 là hợp chất thu được từ phản ứng polyme hóa của acrylat, trong đó acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^5 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^6 là H;

L^3 là nhóm alkylen có 2 nguyên tử cacbon;

X^2 là O; và

Q là gốc 2,4-toluen diisoxyanat (TDI).

Thông qua cùng một quy trình, chất phân tán polyme trong các ví dụ so sánh từ A đến E được tạo thành bởi các oligome của octadexyl acrylat (CE A; ODA), oligome của octadexyl metacrylat (CE B; ODMA), oligome của behenyl acrylat (CE C; BA A), oligome của behenyl metacrylat (CE D; BMA), và oligome của uretan acrylat mà không có hydrocacbon mạch dài (CE E, “BI-HOEA”).

Hiệu suất cấp phun tia được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1: Cấp phun tia của homopolyme

Ví dụ	PES (WPU 100%) ban đầu	PA (WPU 93%) ban đầu
EX1	100	100
EX2	90	100
EX3	80	100
EX4	80	100
EX5	100	100
CE A	0	0
CE B	0	0
CE C	0	0
CE D	0	0
CE E	0	0

Các kết quả này rõ ràng chứng minh rằng các vật liệu polyme, được tạo thành từ phản ứng polyme hóa của các (met)acrylat với các nhóm uretan, tốt hơn các vật liệu được tạo thành bởi các (met)acrylat mà không có nhóm uretan (CE A, B, C, và D) hoặc các vật liệu được tạo thành bởi monome uretan acrylat mà không có nhóm hydrocacbon mạch ngắn (CE E sử dụng “BI-HOEA” có nhóm butyl dưới dạng nhóm hydrocacbon).

Ví dụ 6: Poly(SA-AOI)

Tổng hợp SA-AOI uretan acrylat

Trong bình thót cổ ba cổ 250-mL có chứa 54 g (0,2 mol) rượu stearyl (SA), 28,2 g AOI (0,2 mol), 35 g etylaxetat, và 1 giọt DBTDL. Hỗn hợp này được phản ứng trong thời gian 5 giờ ở nhiệt độ 84°C dưới khí nitơ. IR cho thấy rằng tất cả các nhóm isoxyanat được phản ứng và uretan acrylat được tạo thành. Dung dịch trong ở nhiệt độ 84°C được thu (“SA-AOI”).

Bằng cách sử dụng cùng một quy trình, các uretan acrylat có liên quan sau đây được điều chế: “AOI-MEKO,” nhưng sử dụng MEKO thay cho rượu stearyl; và

“Rượu AOI-Guerbet 32,” từ phản ứng của AOI với rượu Guerbet 32.

Tổng hợp homopolyme Poly(SA-AOI)

Trong bình thót cổ ba cổ 250-mL được lắp kín với thanh khuấy, vỏ gia nhiệt, bộ làm mát, và nhiệt kế có chứa 100 g “SA-AOI” uretan acrylat được điều chế ở trên, 100 g etylaxetat, và 0,4 g VAZO-67. Hỗn hợp này được loại khí 3 lần bằng cách sử dụng chân không hút và áp suất khí nitơ. Hỗn hợp này được gia nhiệt đến nhiệt độ 75°C dưới khí nitơ trong thời gian 6 giờ sau đó bổ sung 0,1 g VAZO-67 và tiếp tục phản ứng trong thời gian 16 giờ.

Các ví dụ từ 7 đến 10: Tổng hợp homo và co-polyme

Ví dụ 7: Poly (SA-AOI/AOI-MEKO 90/10)

Trong bình thót cổ ba cổ 250-mL được lắp kín với thanh khuấy, vỏ gia nhiệt, bộ làm mát, và nhiệt kế có chứa 90 g “SA-AOI” uretan acrylat được điều chế ở trên, 10 g “AOI-MEKO” uretan acrylat được điều chế ở trên, 100 g etylaxetat, và 0,4 g VAZO-67. Hỗn hợp này được loại khí 3 lần sử dụng chân không hút và áp suất khí nitơ. Hỗn hợp được gia nhiệt đến 75°C dưới khí nitơ trong thời gian 6 giờ sau đó bổ sung 0,1 g VAZO-67 và tiếp tục phản ứng trong thời gian 16 giờ.

Vật liệu trong ví dụ 7 là hợp chất polyme thu được từ phản ứng co-polyme hóa của acrylat, trong đó:

1) “SA-AOI” uretan acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^3 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^4 là H;

L^2 là nhóm alkylen có 2 nguyên tử cacbon; và

X^1 là O;

và 2) “AOI-MEKO” uretan acrylat là acrylat tăng cường độ bền với các nhóm isoxyanat được che.

Ví dụ 8: Poly (SI-HOEA / AOI-MEKO 90 / 10)

Trong quy trình trong ví dụ 7, tất cả các SA-AOI uretan acrylat được thay thế bằng SI- HOEA uretan acrylat. Vật liệu trong ví dụ 8 là hợp chất polyme thu được từ phản ứng co-polyme hóa của acrylat, trong đó:

1) “SI-HOEA” uretan acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^1 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^2 là H; và

L^1 là nhóm alkylen có 2 nguyên tử cacbon,

và 2) “AOI-MEKO” uretan acrylat là acrylat tăng cường độ bền với các nhóm isoxyanat được che.

Ví dụ 9: Poly (AOI-Guerbet 32/AOI-MEKO 90/10)

Ví dụ 9 được điều chế bằng cách sử dụng quy trình tổng hợp theo ví dụ điều chế 7, nhưng thay thế SA-AOI uretan acrylat bằng AOI-Guerbet 32 uretan acrylat. Vật liệu của EX9 là hợp chất polyme thu được từ phản ứng co-polyme hóa của acrylat, trong đó:

1) “AOI-Guerbet 32” uretan acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^3 là nhóm hydrocacbon có 32 nguyên tử cacbon;

R^4 là H;

L^2 là nhóm alkylen có 2 nguyên tử cacbon; và

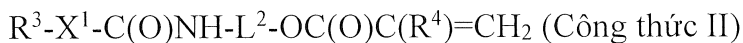
X^1 là O;

và 2) “AOI-MEKO” uretan acrylat là acrylat tăng cường độ bền với các nhóm isoxyanat được che.

Ví dụ 10: Poly (SA-AOI/GMA 90/10)

Ví dụ 10 được điều chế bằng cách sử dụng quy trình trong ví dụ 7 nhưng sử dụng GMA acrylat tăng cường độ bền thay cho AOI-MEKO uretan acrylat. Vật liệu của EX10 là hợp chất polyme thu được từ phản ứng co-polyme hóa của acrylat và metacrylat, trong đó:

1) acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^3 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^4 là H;

L^2 là nhóm alkylen có 2 nguyên tử cacbon; và

X^1 là O;

và 2) acrylat tăng cường độ bền metacrylat là glycidylmetacrylat.

Ví dụ 11: Poly (SI-HOEA / VC12 / AOI-MEKO 70/20/10)

Ví dụ 11 được điều chế bằng cách sử dụng quy trình tổng hợp theo ví dụ điều chế 8, nhưng thay thế 20% trọng lượng của SI-HOEA bằng VC12. Vật liệu trong ví dụ 11 là hợp chất polyme thu được từ phản ứng co-polyme hóa của acrylat, trong đó:

1) “SI-HOEA” uretan acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^1 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^2 là H; và

L^1 là nhóm alkylen có 2 nguyên tử cacbon.

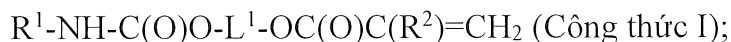
2) VC12 là comonome vinyl,

và 3) “AOI-MEKO” uretan acrylat là acrylat tăng cường độ bền với các nhóm isoxyanat được che.

Ví dụ 12: Poly (SI-HOEA / NMAM 90/10)

Ví dụ 12 được điều chế bằng cách sử dụng quy trình tổng hợp theo ví dụ điều chế 8, nhưng thay thế AOI-MEKO bằng N-metylolacrylamit (NMAM). Vật liệu trong ví dụ 12 là hợp chất polyme thu được từ phản ứng co-polyme hóa của acrylat, trong đó:

1) “SI-HOEA” uretan acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^1 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^2 là H; và

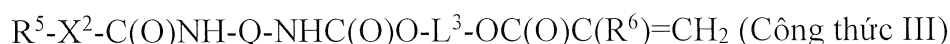
L^1 là nhóm alkylen có 2 nguyên tử cacbon

và 2) NMAM là comonome acrylamit.

Ví dụ 13: Poly (SA-TDI-HOEA / AOI-MEKO 90/10)

Ví dụ 13 được điều chế bằng cách sử dụng quy trình tổng hợp theo ví dụ điều chế 7, nhưng tất cả SA-AOI uretan acrylat được thay thế bằng SA-TDI-HOEA uretan acrylat. Vật liệu trong ví dụ 13 là hợp chất polyme thu được từ phản ứng co-polyme hóa của acrylat, trong đó:

1) “SA-TDI-HOEA” uretan acrylat có công thức cấu tạo sau đây:



trong đó:

R^5 là nhóm hydrocacbon có 18 nguyên tử cacbon;

R^6 là H;

L^3 là nhóm alkylen có 2 nguyên tử cacbon;

X^2 là O; và

Q là gốc 2,4-toluen diisoxyanat (TDI).

và 2) “AOI-MEKO” uretan acrylat là acrylat tăng cường độ bền với các nhóm isoxyanat được che.

Quy trình nhũ hóa của homo và copolyme

Trong bình thót cổ 1000-mL ba cổ, được lắp khít với thanh khuấy, vỏ gia nhiệt, nhiệt kế, và bộ làm mát có chứa 200 g hỗn hợp phản ứng có 50% chất rắn của homo và copolyme được điều chế ở trên (trong etylaxetat). Hỗn hợp được gia nhiệt lên đến 70°C và được trộn cho đến khi thu được dung dịch trong etylaxetat.

Trong cốc bệse 1000-mL có chứa 3 g Tergitol 15-S-30, 6 g Tergitol TMN-6, 3,7 g Armocare VGH-70 (70% chất rắn), và 400 g nước DI. Hỗn hợp này cũng được làm ấm lên đến khoảng 70°C và sau đó được bổ sung trong khi khuấy mạnh vào dung dịch hữu cơ được đề cập ở trên trong bình thót cổ ba cổ 1000 mL. Chất tiền nhũ hóa được thu ở nhiệt độ 70°C. Chất tiền nhũ hóa này được chuyển 3 lần qua máy đồng hóa Manton-Gaulin 2 bước được gia nhiệt trước ở áp suất $3 \cdot 10^7$ Pa (300 bar). Dung môi được giải hấp ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 45°C đến 50°C và chân không nằm trong khoảng từ 2666,44 Pa (20 mmHg) đến 3999,66 Pa (30 mmHg). Chất phân tán ổn định chứa khoảng 20% chất rắn trong nước được tạo thành. Tất cả các vật liệu được nhũ hóa bằng cách sử dụng quy trình chung này.

Các kết quả

Vải sợi được sử dụng: vải vi sợi PES polyeste với suất hút ẩm 76,4% và vải vi sợi PA polyamit với suất hút ẩm bằng 74,9%. Việc phun được tiến hành bằng cách phun đệm sử dụng bồn xử lý trong nước chứa axit axetic 0,1% và isopropanol 1%. Mức bổ sung là 0,6% chất rắn trên vải (SOF) và 1% SOF. Việc sấy ở nhiệt độ cao được tiến hành trong thời gian 2 phút ở nhiệt độ 175°C. Vải được thử nghiệm đối với khả năng chống thấm ướt bằng thử nghiệm “cấp phun tia (SR)” được chỉ ra ở phần trên.

Vải được giặt 10 hoặc 20 lần ở nhiệt độ 40°C bằng cách sử dụng máy giặt Miele thương mại và sử dụng chất tẩy rửa chuẩn. Sau chu trình cuối cùng, vải được sấy khô trong thời gian 24 giờ và được là ủi (IR) ở nhiệt độ 180°C trong thời gian 3 giây; trị số SR sau đó được xác định lại.

Các kết quả của các phương pháp xử lý và thử nghiệm được tổng hợp trong bảng 3. Các mức bổ sung là 0,6% SOF khi sấy ở nhiệt độ cao trong thời gian 2 phút ở nhiệt độ 175°C.

Bảng 3: Cấp phun tia của copolyme (0,6% chất rắn trên vải (SOF))

Ví dụ	Ban đầu, SR (PES)	Ban đầu, SR (PA)	10L-SR (PES)	10L-SR (PA)	20L-SR (PES)	20L-SR (PA)
6	100	100	70	50	50	50
7	100	100	80	70	70	50
8	100	90	80	70	50	50
9	90	80	50	50	0	0
10	100	90	70	50	0	0
11	100	100	80	80	70	70
12	100	100	80	70	80	70
13	100	100	85	80	80	70

Các phần mô tả đầy đủ của các patent, tài liệu sáng chế, và các công bố được trích dẫn trong bản mô tả này được đưa vào đây bằng cách viện dẫn như thể là mỗi tài liệu được kết hợp riêng lẻ. Các cải biến và thay đổi khác của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật này mà không tách rời khỏi phạm vi của sáng chế. Cần phải hiểu rằng sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án và ví dụ minh họa được nêu trong bản mô tả này và các ví dụ và phương án này được thể hiện chỉ là một ví dụ với phạm vi bộc lộ chỉ giới hạn ở các điểm yêu cầu bảo hộ được nêu dưới đây.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp xử lý lớp nền sợi, phương pháp này bao gồm bước phủ chế phẩm xử lý không chứa flo với lượng đủ để tạo ra khả năng chống thấm ướt của lớp nền sợi với cấp phun tia ban đầu tối thiểu ít nhất là 80 theo thử nghiệm cấp phun tia, trong đó chế phẩm xử lý này chứa:

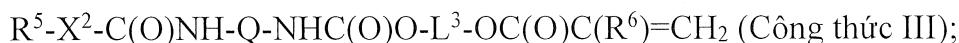
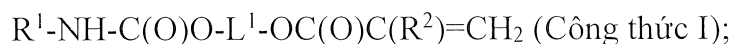
một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon;

trong đó lượng đủ để tạo ra khả năng chống thấm ướt của lớp nền sợi ít nhất là 0,1% trọng lượng của chất rắn trên lớp nền sợi; và

trong đó ít nhất là 70% trọng lượng của một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một nhóm hydrocacbon có từ 16 đến 60 nguyên tử cacbon.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một nhóm hydrocacbon có từ 16 đến 60 nguyên tử cacbon.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chế phẩm xử lý nêu trên chứa một hoặc nhiều hợp chất polyme thu được từ phản ứng polyme hóa của ít nhất một monome (met)acrylat có nhất một trong số các công thức sau đây:



trong đó:

R^1 , R^3 , và R^5 độc lập là nhóm hydrocacbon có ít nhất 16 nguyên tử cacbon;

R^2 , R^4 , và R^6 độc lập là H hoặc CH_3 ;

L^1 , L^2 , và L^3 độc lập là nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon, nhóm arylen, hoặc hỗn hợp của chúng;

X^1 và X^2 độc lập là O, S, -NH, hoặc -N(R⁷), trong đó R⁷ là nhóm hydrocacbon có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon; và

Q là gốc isoxyanat.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nhóm thu được từ isoxyanat có trong monome (met)acrylat là nhóm uretan hoặc nhóm urê.
5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó một hoặc nhiều hợp chất polyme có trung bình ít nhất là 10 đơn vị lặp của ít nhất một monome (met)acrylat bao gồm ít nhất một nhóm thu được từ isoxyanat và ít nhất một nhóm hydrocacbon có từ 16 đến 60 nguyên tử cacbon.
6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chế phẩm xử lý còn bao gồm (met)acrylat tăng cường độ bền.
7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chế phẩm ở dạng chất phân tán nền nước tùy ý chứa một hoặc nhiều chất phụ gia được chọn từ chất hoạt động bề mặt, dung môi kết tụ, dung môi chống kết đông, chất nhũ hóa, hoặc chất ổn định chống lại một hoặc nhiều vi sinh vật.
8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó lớp nền sợi được chọn từ nhóm bao gồm vải sợi, da thuộc, thảm, giấy, và vải không dệt.
9. Lớp nền sợi được xử lý bằng phương pháp theo điểm 1.