



(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)



1-0037444

(51)^{2020.01} C08G 77/388; D06M 15/643; C11D
3/37; A61K 8/898; C11D 3/00

(13) B

(21) 1-2020-06379

(22) 26/03/2019

(86) PCT/EP2019/057491 26/03/2019

(87) WO 2019/192876 10/10/2019

(30) 18165408.8 03/04/2018 EP

(45) 27/11/2023 428

(43) 25/03/2021 396

(73) EVONIK OPERATIONS GMBH (DE)

Rellinghauser Straße 1-11, 45128 Essen, Germany

(72) HENNING, Frauke (DE); PEGGAU, Jörg (DE); LOHSE, Andrea (DE);

ZÜNDORFF, Astrid (DE); RADLOFF, Sarah (DE); TRAMBITAS, Alexandra (RO).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) SILOXAN ĐỂ XỬ LÝ HÀNG DỆT VÀ ĐỂ SỬ DỤNG TRONG CÁC CÔNG
THỨC LÀM SẠCH VÀ CHĂM SÓC, QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ VÀ CHẾ PHẨM
CHỨA NÓ

(57) Sáng chế đề cập đến siloxan, chế phẩm chứa siloxan này, quy trình điều chế chúng, và các chế phẩm này được sử dụng để xử lý vải, trong các công thức làm sạch và chăm sóc cho gia đình và cho mục đích công nghiệp, và trong các chế phẩm mỹ phẩm, dược phẩm và da liễu, đặc biệt là trong các công thức làm sạch và chăm sóc mỹ phẩm, các sản phẩm chăm sóc tóc và các sản phẩm dùng sau khi chăm sóc tóc, và để làm sạch và chăm sóc bề mặt cứng, tốt hơn nếu để làm sạch và chăm sóc xe có động cơ, đặc biệt là làm phụ gia hỗ trợ làm khô cho các cơ sở rửa xe.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến siloxan, các chế phẩm chứa siloxan này, quy trình điều chế chúng, và việc sử dụng các chế phẩm này để xử lý các cấu trúc hai chiều, trong các công thức làm sạch và chăm sóc cho gia đình và cho mục đích công nghiệp, và trong các chế phẩm mỹ phẩm, dược phẩm và da liễu, đặc biệt là trong các công thức làm sạch và chăm sóc mỹ phẩm, các sản phẩm chăm sóc tóc và các sản phẩm dùng sau khi chăm sóc tóc, và để làm sạch và chăm sóc bề mặt cứng, tốt hơn nếu để làm sạch và chăm sóc xe có động cơ, đặc biệt là làm phụ gia hỗ trợ làm khô cho các cơ sở rửa xe. Đặc biệt hơn, sáng chế đề cập đến các hoạt chất làm thay đổi cảm giác sờ tay để xử lý hàng dệt hoặc vải có cả hiệu quả cao hơn và giảm thiểu tỷ lệ các thành phần phụ có trọng lượng phân tử thấp không mong muốn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các siloxan hoặc silicon có nhóm amoni bậc bốn (sau đây còn được gọi là silicon bậc bốn) và việc sử dụng chúng để hoàn thiện hàng dệt và trong các công thức làm sạch và chăm sóc là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Các silicon bậc bốn đặc biệt có lợi ở đây là những silicon bậc bốn thu được bằng phản ứng của siloxan có chức epoxy với các amin bậc ba. Trước hết, sự tấn công ưa nhân của nitơ bậc ba của amin bậc ba diễn ra trên vòng epoxit của silan có chức epoxy, cuối cùng dẫn đến sự mở vòng của vòng epoxit. Quá trình này tạo ra ion lưỡng tính, sau đó được proton hóa bởi axit Brønsted, tạo ra silicon bậc bốn. Vì các nhóm epoxy phải được chuyển đổi đến mức tối đa, nên thường sử dụng lượng của amin bậc ba theo hệ số tỷ lệ. Quá trình này lại có thể dẫn đến lượng dư của các amin bậc ba. Những lượng dư này là không mong muốn. Hàm lượng còn lại của các chất phản ứng có trọng lượng phân tử thấp, ví dụ như các amin được sử dụng hoặc các sản phẩm phụ hữu cơ có trọng lượng phân tử thấp, có thể gây kích ứng da và/hoặc có thể gây mẫn cảm và/hoặc gây độc cho nước. Khi đưa các silicon bậc bốn vào dung dịch nước xử lý dệt, các sản phẩm phụ hữu

cơ có trọng lượng phân tử thấp và các amin bậc ba chưa biến đổi có thể hòa tan và do đó đi vào vải dệt hoặc vào nước thải.

Việc sử dụng các amin ít gây vấn đề hơn, đặc biệt ít gây hơn hoặc không gây kích ứng da, gây mẫn cảm và/hoặc độc tính với nước, thường dẫn đến các silicon bậc bốn có đặc tính hoạt động kém hơn. Nhũ tương nước để hoàn thiện hàng dệt dựa trên các silicon bậc bốn tương ứng thường thể hiện độ ổn định pha/độ ổn định bảo quản bị giảm và/hoặc đánh giá kém hơn cảm giác sờ tay của hàng dệt đã hoàn thiện.

DE 102010000993 A1 bộc lộ polysiloxan có ít nhất một nhóm amoni bậc bốn. Các polysiloxan này có thể được sử dụng trong các sản phẩm chăm sóc và làm sạch cá nhân, chẳng hạn như dầu gội đầu, các sản phẩm chăm sóc tóc và các sản phẩm dùng sau khi chăm sóc tóc. Các polysiloxan này được cho là cải thiện cả đặc tính như khả năng chải, độ mềm, độ bông, khả năng tạo nếp, khả năng xử lý và khả năng gỡ rối của tóc không bị hư tổn và hư tổn, đồng thời cả đặc tính mang lại độ bóng đẹp cho tóc. Trong các ví dụ bộc lộ các polysiloxan, thu được bằng phản ứng của epoxysilan với các amin amit trên cơ sở axit béo, cụ thể là 3-N,N-dimetylaminopropylauramit. Việc sử dụng duy nhất các amin amit làm amin bậc ba trong quá trình tổng hợp các silicon bậc bốn này dẫn đến hàm lượng còn lại của các amin amit chưa biến đổi. Đây là điều không mong muốn. Không có sự bộc lộ về các polysiloxan có ít nhất một nhóm amoni amit và cũng có ít nhất một nhóm dialkanolamoni.

DE 102009029450 A1 bộc lộ các polysiloxan có nhóm amoni bậc bốn. Các polysiloxan này được sử dụng làm chất làm mềm vải, ví dụ như đồ dệt, khăn giấy, sản phẩm không dệt và/hoặc sợi làm từ nguyên liệu thô tự nhiên và/hoặc tổng hợp và/hoặc da. Các ví dụ bộc lộ các polysiloxan thu được bằng phản ứng của epoxysilan với các amin amit trên cơ sở axit béo từ dừa. Ở đây cũng vậy, việc sử dụng duy nhất các amin amit như là các amin bậc ba trong quá trình tổng hợp các silicon bậc bốn này dẫn đến hàm lượng dư không mong muốn của các amin amit chưa biến đổi. Không có bộc lộ về các polysiloxan có ít nhất một nhóm amoni amit và cũng có ít nhất một nhóm dialkanolamoni.

DE 102011078382 A1 bộc lộ vi nhũ tương bao gồm, ở dạng pha dầu, polysiloxan chứa ít nhất một nhóm amoni bậc bốn. Trong các ví dụ bộc lộ các polysiloxan thu được bằng phản ứng của epoxysilan với các amin amit trên cơ sở axit béo. Ở đây cũng vậy,

việc sử dụng duy nhất các amin amit như là các amin bậc ba trong quá trình tổng hợp các silicon bậc bốn này dẫn đến hàm lượng dư không mong muốn của các amin amit chưa biến đổi. Không có bộc lộ về polysiloxan có ít nhất một nhóm amoni amit và cũng có ít nhất một nhóm dialkanolamoni.

DE 102010001531 A1 bộc lộ các siloxan có chức năng amin bậc một và siloxan được biến đổi hữu cơ có nhóm chức amoni bậc bốn. Không có bộc lộ về polysiloxan có nhóm amoni amit hoặc nhóm dialkanolamoni.

US 5248783 bộc lộ việc sử dụng các amin amit để trung hòa các silicon có nhóm chức axit cacboxylic. Không có bộc lộ về các polysiloxan có nhóm amoni amit hoặc nhóm dialkanolamoni.

Cũng cần tìm ra các siloxan có ưu điểm hơn so với phương pháp trước. Đặc biệt hơn, cần có siloxan thích hợp làm các hoạt chất làm thay đổi cảm giác sờ tay để xử lý hàng dệt hoặc vải, và có hiệu quả cao, nhưng tỷ lệ các sản phẩm phụ hữu cơ không mong muốn hoặc lượng chất phản ứng còn lại gây kích ứng da và/hoặc nhạy cảm và/hoặc độc hại thủy sinh đã được giảm thiểu. Vẫn còn nhu cầu về siloxan dẫn đến cải thiện các đặc tính tính năng, ví dụ như cải thiện độ ổn định pha/độ ổn định bảo quản và/hoặc đánh giá tốt hơn về cảm giác sờ tay cho vải dệt được xử lý. Thông thường, silicon bậc bốn lắng đọng trên vải hoặc đồ dệt trong điều kiện kiềm trên và cao hơn độ pH 9, như có thể tồn tại trong hoặc sau khi giặt vải hoặc đồ dệt. Điều này có thể dẫn đến đốm, đặc biệt là khi hàng dệt hoặc vải đang trải qua quá trình nhuộm. Do đó, vẫn cần các siloxan có độ ổn định pH cao hơn, đặc biệt là lên đến độ pH 11. Đặc biệt hơn, nhu cầu về các hoạt chất hoặc chế phẩm làm thay đổi cảm giác sờ tay thân thiện với da và thân thiện với môi trường để hoàn thiện vải dệt ví dụ vải cotton/polyeste hoặc vải cotton/polyamit/elastan hoặc các sản phẩm không dệt khác được sản xuất từ sợi xenluloza hoặc hỗn hợp xenluloza.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, vấn đề được giải quyết bởi sáng chế là khắc phục ít nhất một nhược điểm của kỹ thuật trước đó. Đặc biệt hơn, vấn đề được giải quyết là đề cập đến siloxan/silicon có nhóm amoni bậc bốn (được gọi là silicon bậc bốn) có tỷ lệ các sản phẩm phụ hữu cơ không mong muốn giảm rõ rệt và/hoặc hàm lượng còn lại thấp của các chất phản ứng hữu cơ không mong muốn. Đặc biệt hơn, vấn đề được giải quyết bởi sáng chế là giảm thiểu

các hợp chất hữu cơ không mong muốn này với việc tạo ra đồng thời hoạt chất làm thay đổi cảm giác sờ tay có hiệu quả cao hơn trên vải.

Đáng ngạc nhiên đã phát hiện ra rằng các siloxan cụ thể và các chế phẩm cụ thể như được mô tả trong các điểm yêu cầu bảo hộ đã khắc phục được ít nhất một nhược điểm của kỹ thuật trước đây. Đặc biệt hơn, đã phát hiện ra rằng các siloxan cụ thể và các chế phẩm cụ thể này cho đánh giá bằng cảm giác sờ tay tốt hơn, đặc điểm pha tốt hơn và hàm lượng amin amit thấp hơn.

Các siloxan cụ thể này mang ít nhất hai nhóm amoni bậc bốn khác nhau, trong đó ít nhất một nhóm amoni bậc bốn được chọn từ nhóm bao gồm các nhóm amit amoni bậc bốn và các nhóm este amoni bậc bốn, tốt nhất là nhóm amit amoni bậc bốn và ít nhất một nhóm amoni bậc bốn là được chọn từ nhóm bao gồm các nhóm dialkanolamoni bậc bốn.

Ngoài ra, các chế phẩm đặc biệt chứa các siloxan cụ thể này.

Do đó, đạt được mục đích của sáng chế bởi các đối tượng được yêu cầu trong yêu cầu bảo hộ độc lập. Các phương án ưu tiên của sáng chế được chỉ ra trong các điểm yêu cầu bảo hộ phụ thuộc, ví dụ và phần mô tả.

Các siloxan theo sáng chế, tức là các hoạt chất theo sáng chế làm thay đổi cảm giác sờ tay, chế phẩm theo sáng chế, quy trình theo sáng chế và ứng dụng theo sáng chế của các chế phẩm và/hoặc các sản phẩm của quy trình được mô tả bằng ví dụ dưới đây mà không có ý định giới hạn sáng chế ở các phương án minh họa này. Trong trường hợp các khoảng, công thức chung hoặc nhóm hợp chất được chỉ rõ sau đây, chúng nhằm mục đích không chỉ bao gồm các khoảng hoặc nhóm hợp chất tương ứng được đề cập rõ ràng mà còn bao gồm tất cả các khoảng con và nhóm con của hợp chất có thể thu được bằng cách bỏ đi các giá trị riêng lẻ (khoảng) hoặc các hợp chất. Phương án bất kỳ có thể thu được bằng cách kết hợp các miền/miền nhỏ và/hoặc nhóm/phân nhóm, ví dụ bằng sự kết hợp miền/miền nhỏ và/hoặc nhóm/phân nhóm thiết yếu, tùy chọn, ưu tiên, ưu tiên hơn hoặc được chọn được ưu tiên hơn, ưu tiên hơn nữa, thậm chí ưu tiên hơn nữa, còn ưu tiên hơn nữa hoặc đặc biệt ưu tiên hơn và/hoặc các miền/miền nhỏ theo sáng chế hoàn toàn là một phần của nội dung bộc lộ theo sáng chế và được coi là được bộc lộ một cách ngầm hiểu, trực tiếp và rõ ràng. Các cụm từ “được ưu tiên” và “tốt hơn nếu” được sử dụng đồng nghĩa.

Khi các tài liệu được trích dẫn cho các mục đích của bản mô tả, thì toàn bộ nội dung của các tài liệu này được coi là một phần của bản mô tả sáng chế.

Trường hợp số liệu hàm lượng (ppm hoặc %) được đưa ra sau đây, trừ khi có quy định khác, chúng là số liệu tính bằng % trọng lượng hoặc ppm theo trọng lượng (ppmw). Trong trường hợp các chế phẩm, các số liệu hàm lượng, trừ khi có quy định khác, dựa trên tổng chế phẩm. Khi các giá trị trung bình được báo cáo sau đây, các giá trị được đề cập là giá trị trung bình số trừ khi được quy định khác. Trường hợp khối lượng mol được sử dụng, trừ khi có ghi chú rõ ràng khác, chúng là khối lượng mol trung bình theo trọng lượng M_w . Trong trường hợp các phép đo hoặc tính chất vật lý, ví dụ độ căng bề mặt hoặc các đặc tính tương tự, được báo cáo sau đây, trừ khi có quy định khác, đây là các phép đo hoặc tính chất vật lý được đo ở 25°C và tốt nhất là ở áp suất 101 325 Pa (áp suất tiêu chuẩn). Trường hợp các giá trị độ nhớt được đưa ra trong phạm vi của sáng chế, trừ khi có ghi chú khác, đây là độ nhớt động có thể được xác định bằng các phương pháp quen thuộc với người có trình độ trong lĩnh vực này.

Trong trường hợp các phạm vi số ở dạng “từ X đến Y” được báo cáo sau đây, trong đó X và Y là giới hạn của phạm vi số, điều này tương đương với tuyên bố “từ ít nhất X trở lên và bao gồm Y”, trừ khi được nêu rõ ràng khác đi. Do đó, các tuyên bố về phạm vi bao gồm các giới hạn trong phạm vi X và Y, trừ khi được nêu rõ ràng khác đi.

Bất cứ khi nào các phân tử/đoạn phân tử có một hoặc nhiều tâm lập thể hoặc có thể được phân biệt thành các đồng phân do tính đối xứng hoặc có thể được phân biệt thành các đồng phân do các tác động khác, ví dụ quay vòng bị hạn chế, thì tất cả các dạng đồng phân được bao hàm theo sáng chế.

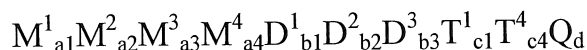
Liên quan đến sáng chế, thuật ngữ “poly” không chỉ bao gồm các hợp chất có ít nhất 2, đặc biệt là 3, các đơn vị lặp của một hoặc nhiều monome trong phân tử, mà tốt hơn nếu còn bao gồm các thành phần của các hợp chất có phân bố trọng lượng phân tử và đồng thời có khối lượng phân tử trung bình ít nhất là 200g/mol. Định nghĩa này tính đến thực tế là thông lệ trong lĩnh vực công nghiệp đề cập đến các hợp chất như polyme ngay cả khi chúng có vẻ không tuân theo định nghĩa polyme theo hướng dẫn của OECD hoặc REACH.

Các mảnh khác nhau trong công thức (I), (IV), (V) và (VI) dưới đây có thể nằm trong một phân phối thống kê. Phân phối thống kê có thể có cấu trúc theo khối với bất kỳ

số khối nào và trình tự bất kỳ hoặc chúng có thể tuân theo phân phối ngẫu nhiên; chúng cũng có thể có cấu trúc xen kẽ hoặc hình thành một gradient dọc theo chuỗi, nếu có; đặc biệt, chúng cũng có thể tạo thành bất kỳ dạng hỗn hợp nào trong đó các nhóm phân phối khác nhau có thể nối tiếp nhau một cách tùy ý. Các chỉ số a1, a2, a3, a4, b1, b2, b3, c1, c4, d, m, v, w, x, y, a5 và b5 được sử dụng trong công thức là số tự nhiên. Các đơn vị alkylenoxy trong công thức (IV) có thể được liên kết khác nhau với các nhóm hoặc nguyên tử liền kề, có nghĩa là, trong công thức (IV), trong mỗi trường hợp

$\left[\text{CH}_2 - \overset{\text{R}^{12}}{\underset{|}{\text{CH}}} - \text{O} \right]$ độc lập là một gốc alkylenoxy ở dạng $[\text{CH}_2\text{CH}(\text{R}^{12})\text{O}]$ và/hoặc ở dạng $[\text{CH}(\text{R}^{12})\text{CH}_2\text{O}]$, nhưng tốt nhất là gốc alkylenoxy ở dạng $[\text{CH}_2\text{CH}(\text{R}^{12})\text{O}]$. Các thực hiện cụ thể sau đây có thể được định nghĩa trong đó các dấu hiệu như chỉ số hoặc thành phần cấu trúc hoặc các khoảng hoặc phân phối thống kê phải chịu các giới hạn chế do thực hiện. Tất cả các dấu hiệu khác không bị ảnh hưởng bởi giới hạn vẫn không thay đổi.

Trước hết, sáng chế đề cập đến siloxan (A) có công thức (I)



Công thức (I)

trong đó:

$$\text{M}^1 = [\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2}];$$

$$\text{M}^2 = [\text{R}^2\text{R}^1_2\text{SiO}_{1/2}];$$

$$\text{M}^3 = [\text{R}^3\text{R}^1_2\text{SiO}_{1/2}];$$

$$\text{M}^4 = [\text{R}^4\text{R}^1_2\text{SiO}_{1/2}];$$

$$\text{D}^1 = [\text{R}^1_2\text{SiO}_{2/2}];$$

$$\text{D}^2 = [\text{R}^1\text{R}^2\text{SiO}_{2/2}];$$

$$\text{D}^3 = [\text{R}^1\text{R}^3\text{SiO}_{2/2}];$$

$$\text{T}^1 = [\text{R}^1\text{SiO}_{3/2}];$$

$$\text{T}^4 = [\text{R}^4\text{SiO}_{3/2}];$$

$$\text{Q} = [\text{SiO}_{4/2}];$$

a1 = 0 đến 32, tốt hơn nếu là 0 đến 19, đặc biệt là 0 đến 12;

a2 = 0 đến 32, tốt hơn nếu là 1 đến 10, đặc biệt là 1 đến 3;

a3 = 0 đến 32, tốt hơn nếu là 1 đến 10, đặc biệt là 1 đến 2;

a4 = 0 đến 6, tốt hơn nếu là 0 đến 1, đặc biệt là 0;

$b_1 = 1$ đến 1000, tốt hơn nếu là 5 đến 500, đặc biệt là 10 đến 400;

$b_2 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0;

$b_3 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0;

$c_1 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0 đến 4;

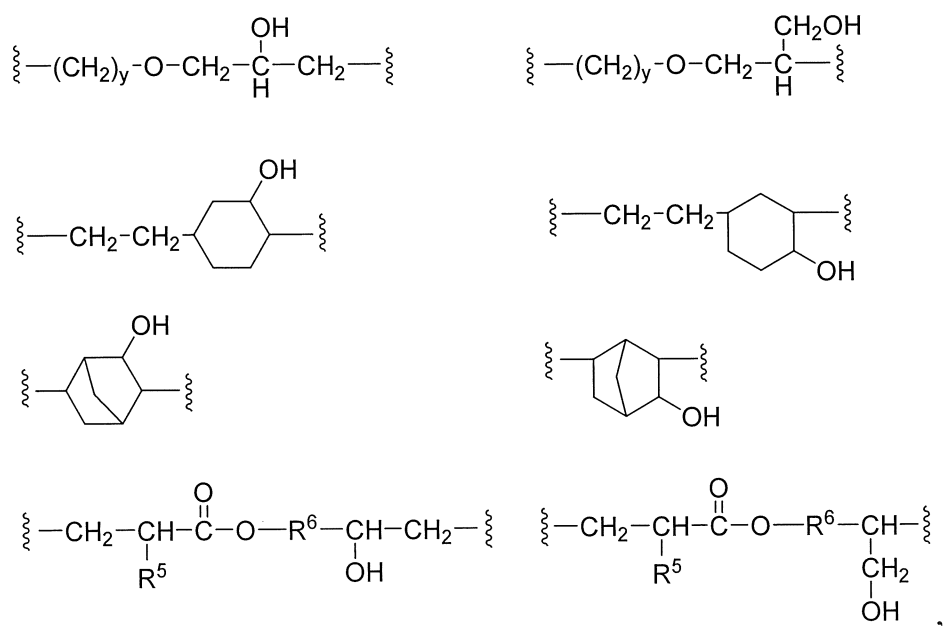
$c_4 = 0$ đến 5, tốt hơn nếu là 0 đến 2, đặc biệt là 0;

$d = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0 đến 4;

R^1 = độc lập với nhau là các gốc hydrocacbon giống hoặc khác nhau, tốt hơn nếu có 1 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu là các gốc alkyl có 1 đến 30 nguyên tử cacbon hoặc các gốc hydrocacbon thơm có 6 đến 30 nguyên tử cacbon, còn tốt hơn nữa nếu là các gốc alkyl có 1 đến 14 nguyên tử cacbon hoặc các gốc hydrocacbon thơm đơn vòng, trong đó tốt hơn nếu là các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, còn tốt hơn nữa nếu methyl, ethyl, propyl hoặc phenyl, đặc biệt là methyl;

$$R^2 = R^{21} - R^{22};$$

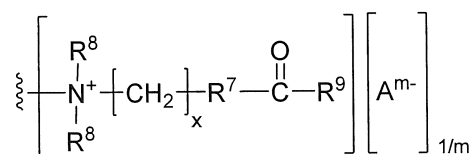
R^{21} = độc lập với nhau là các gốc hydrocacbon hóa trị hai giống hoặc khác nhau có ít nhất một nhóm hydroxyl và tùy ý các nguyên tử oxy bổ sung và tốt hơn nếu là 2 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu còn chứa 1 đến 2 nguyên tử oxy bổ sung, còn tốt hơn nữa nếu chứa các nhóm chức được chọn từ các nhóm ete, carbonyl và este, còn tốt hơn nữa nếu độc lập với nhau là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm



đặc biệt là độc lập với nhau là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm



R^{22} = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức (II),

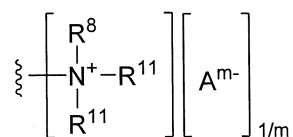


Công thức (II);

$$R^3 = R^{31} \text{---} R^{32};$$

$$R^{31} = R^{21};$$

R^{32} = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức (III)



Công thức (III)

R^4 = độc lập với nhau là các nhóm alkoxy hoặc các nhóm axyloxy giống hoặc khác nhau, tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu là các nhóm axetoxy và/hoặc các nhóm metoxy, các nhóm etoxy, các nhóm n-propoxy, các nhóm isopropoxy, các nhóm n-butoxy, các nhóm tert-butoxy và/hoặc các nhóm alkoxy có nguồn gốc từ các gốc glycol, ví dụ propylen glycol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, hexylen glycol, pentylen glycol, butyldiglycol, đặc biệt là các nhóm isopropoxy;

R^5 = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm hydro và các gốc hydrocacbon, tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu được chọn từ nhóm bao gồm các gốc alkyl có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, trong đó tốt hơn nếu các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, đặc biệt là metyl;

R^6 = độc lập với nhau là các gốc hydrocacbon hóa trị hai giống hoặc khác nhau tùy ý chứa các nhóm ete, tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu là metylen;

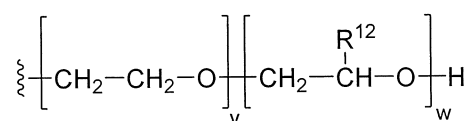
R^7 = độc lập với nhau là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm -O- và $-NR^{10}$ -, tốt hơn nếu là $-NR^{10}$ -;

R^8 = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm các gốc hydrocacbon tốt hơn nếu có 1 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu được chọn từ nhóm bao gồm các gốc alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no có 1 đến 12 nguyên tử cacbon, còn tốt hơn nữa nếu độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm metyl, etyl, n-propyl, isopropyl, n-butyl, isobutyl, tert-butyl, còn tốt hơn nữa nếu độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm metyl, etyl, n-propyl, isopropyl, đặc biệt là metyl;

R^9 = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm hydro và các gốc hydrocacbon, tốt hơn nếu có 1 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu được chọn từ nhóm bao gồm các gốc alkyl có 1 đến 30 nguyên tử cacbon, còn tốt hơn nữa nếu là các gốc alkyl có 12 đến 24 nguyên tử cacbon, đặc biệt là có 16 đến 22 nguyên tử cacbon, trong đó tốt hơn nếu là các gốc hydrocacbon hoặc các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, no hoặc không no, tốt hơn nữa nếu mạch thẳng, không được thế và no;

R^{10} = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm hydro, $-C(=O)R^9$ và các gốc hydrocacbon, tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu các gốc alkyl có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, trong đó tốt hơn nếu các gốc hydrocacbon hoặc các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, no hoặc không no, tốt hơn nữa nếu mạch thẳng, không được thế và no; tốt hơn nếu là R^{10} đặc biệt là hydro;

R^{11} = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm các gốc hydrocacbon có ít nhất một nhóm hydroxyl và tốt hơn nếu là 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu là các gốc alkyl có ít nhất một nhóm hydroxyl và tốt hơn nếu là 1 đến 6 nguyên tử cacbon, trong đó tốt hơn nếu là các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, và các gốc có công thức (IV)



Công thức (IV),

tốt hơn nếu là 2-hydroxyethyl và/hoặc 2-hydroxypropyl;

R^{12} = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm các gốc hydrocarbon, tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu là các gốc alkyl có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, trong đó tốt hơn nếu các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, tốt hơn nếu là metyl và etyl, đặc biệt là metyl;

A^{m-} = độc lập với nhau là các anion giống hoặc khác nhau được chọn từ các anion vô cơ hoặc hữu cơ của các axit H_mA , và các dẫn xuất của chúng;

$m = 1$ đến 3, tốt hơn nếu là 1 đến 2, đặc biệt là 1;

$v = 0$ đến 30, tốt hơn nếu là 0 đến 10, đặc biệt là 1 đến 3;

$w = 0$ đến 30, tốt hơn nếu là 0 đến 10;

$x = 2$ đến 18, tốt hơn nếu là 3;

$y = 2$ đến 18, tốt hơn nếu là 3;

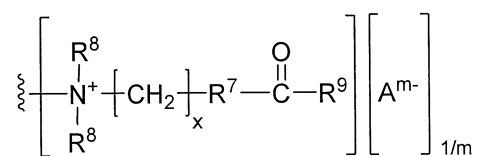
khác biệt ở chỗ các điều kiện (i) và (ii) được thỏa mãn:

(i) $a_2 + b_2 \geq 1$;

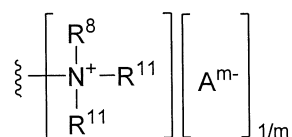
(ii) $a_3 + b_3 \geq 1$.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các điều kiện (i) và (ii) đảm bảo rằng siloxan (A) có ít nhất một nhóm amit amoni có công thức (II) và ít nhất một nhóm dialkanolamoni có công thức (III), tức là ít nhất một gốc mỗi gốc có công thức sau (II) và (III):



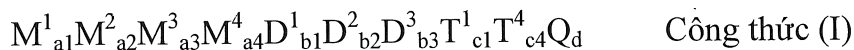
Công thức (II)



Công thức (III).

Các điện tích dương trên các nhóm amoni bậc bốn ở đây được bù lại bằng một số lượng ion đối ứng tương ứng A^{m-} .

Siloxan (A) được ưu tiên là siloxan (A) có công thức (I)



với

$a_1 = 0$ đến 32, tốt hơn nếu là 0 đến 19, đặc biệt là 0 đến 12;

$a_2 = 0$ đến 32, tốt hơn nếu là 1 đến 10, đặc biệt là 1 đến 3;

$a_3 = 0$ đến 32, tốt hơn nếu là 1 đến 10, đặc biệt là 1 đến 2;

$a_4 = 0$ đến 6, tốt hơn nếu là 0 đến 1, đặc biệt là 0;

$b_1 = 1$ đến 1000, tốt hơn nếu là 5 đến 500, đặc biệt là 10 đến 400;

$b_2 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0;

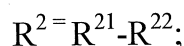
$b_3 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0;

$c_1 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0 đến 4;

$c_4 = 0$ đến 5, tốt hơn nếu là 0 đến 2, đặc biệt là 0;

$d = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0 đến 4;

R^1 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc hydrocarbon giống hoặc khác nhau có 1 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu là được chọn từ nhóm bao gồm methyl, etyl, propyl hoặc phenyl, đặc biệt là methyl;



R^{21} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc hydrocarbon hóa trị hai giống hoặc khác nhau có ít nhất một nhóm hydroxyl và tùy ý 1 đến 2 nguyên tử oxy bổ sung và 2 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu là trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm

R^4 = trong mỗi trường hợp độc lập là các nhóm alkoxy hoặc các nhóm axyloxy giống hoặc khác nhau có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu là các nhóm axetoxy và/hoặc metoxy, etoxy, n-propoxy, isopropoxy, n-butoxy, các nhóm tert-butoxy, đặc biệt là các nhóm isopropoxy;

R^5 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm hydro và các gốc hydrocacbon có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu là được chọn từ nhóm bao gồm các gốc alkyl có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, trong đó các gốc alkyl này are mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, đặc biệt là metyl;

R^6 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc hydrocacbon hóa trị hai giống hoặc khác nhau tùy ý chứa các nhóm ete và có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, đặc biệt tốt hơn nếu là metylen;

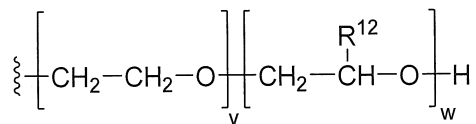
R^7 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm -O- và $-NR^{10}-$, đặc biệt tốt hơn nếu là $-NR^{10}-$;

R^8 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm các gốc hydrocacbon có 1 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm metyl, etyl, n-propyl, isopropyl, đặc biệt là metyl;

R^9 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm các gốc hydrocacbon có 1 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu là trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm các gốc alkyl có 12 đến 24 nguyên tử cacbon, đặc biệt là có 16 đến 22 nguyên tử cacbon;

R^{10} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau với nhóm bao gồm hydro, $-C(=O)R^9$ và các gốc hydrocacbon có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu được chọn từ nhóm bao gồm hydro và các gốc alkyl có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, đặc biệt là hydro;

R^{11} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm các gốc hydrocacbon có ít nhất một nhóm hydroxyl và 1 đến 6 nguyên tử cacbon, và các gốc có công thức (IV)



Công thức (IV),

đặc biệt tốt hơn nếu là 2-hydroxyetyl và/hoặc 2-hydroxypropyl;

R^{12} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm các gốc hydrocacbon có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu là metyl và etyl, đặc biệt là metyl;

A^{m-} = trong mỗi trường hợp độc lập là các anion giống hoặc khác nhau được chọn từ các anion vô cơ hoặc hữu cơ của các axit H_mA , và các dẫn xuất của chúng;

$m = 1$ đến 3, tốt hơn nếu là và đặc biệt là 1 đến 2;

$v = 0$ đến 30, tốt hơn nếu là và đặc biệt là 0 đến 10;

$w = 0$ đến 30, tốt hơn nếu là và đặc biệt là 0 đến 10;

$x = 2$ đến 18, tốt hơn nếu là và đặc biệt là 3;

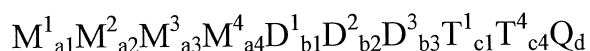
$y = 2$ đến 18, tốt hơn nếu là và đặc biệt là 3;

khác biệt ở chỗ các điều kiện (i) và (ii) được thỏa mãn:

(i) $a_2 + b_2 \geq 1$;

(ii) $a_3 + b_3 \geq 1$.

Được ưu tiên nữa nếu siloxan (A) là siloxan (A) có công thức (I)



Công thức (I),

với

$a_1 = 0$ đến 32, tốt hơn nếu là 0 đến 19, đặc biệt là 0 đến 12;

$a_2 = 0$ đến 32, tốt hơn nếu là 1 đến 10, đặc biệt là 1 đến 3;

$a_3 = 0$ đến 32, tốt hơn nếu là 1 đến 10, đặc biệt là 1 đến 2;

$a_4 = 0$ đến 6, tốt hơn nếu là 0 đến 1, đặc biệt là 0;

$b_1 = 1$ đến 1000, tốt hơn nếu là 5 đến 500, đặc biệt là 10 đến 400;

$b_2 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0;

b3 = 0 đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0;

c1 = 0 đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0 đến 4;

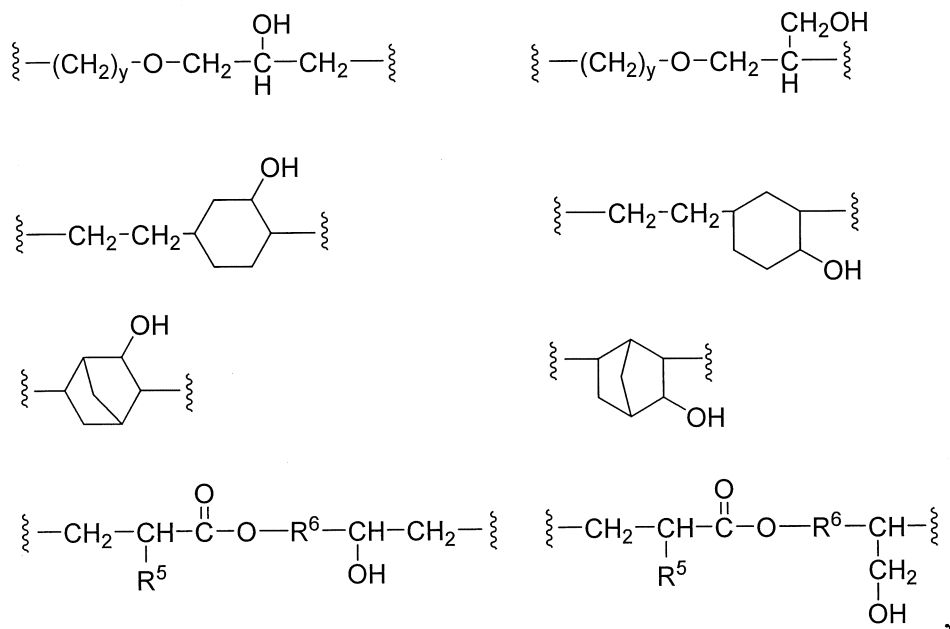
c4 = 0 đến 5, tốt hơn nếu là 0 đến 2, đặc biệt là 0;

d = 0 đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0 đến 4;

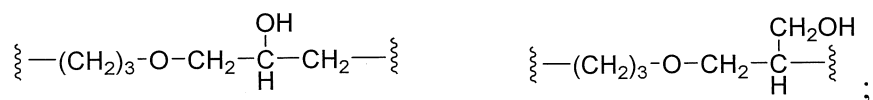
R^1 = trong mỗi trường hợp độc lập là, giống hoặc khác nhau methyl, ethyl, propyl hoặc phenyl, đặc biệt là methyl;

$$R^2 = R^{21} - R^{22};$$

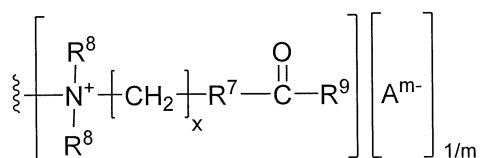
R^{21} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm



đặc biệt là trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm



R^{22} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức (II)

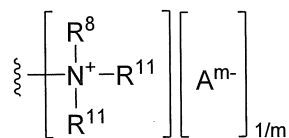


Công thức (II);

$$R^3 = R^{31} - R^{32};$$

$$R^{31} = R^{21};$$

R^{32} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức (III)



Công thức (III)

R^4 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm axetoxy, metoxy, etoxy, n-propoxy, isopropoxy, n-butoxy và tert-butoxy, đặc biệt là isopropoxy;

R^5 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ hydro và metyl;

$$R^6 = \text{metylen};$$

R^7 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm -O- và $-NR^{10}-$, đặc biệt là $-NR^{10}-$;

$$R^8 = \text{metyl};$$

R^9 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm các gốc alkyl có 12 đến 24 nguyên tử cacbon, đặc biệt là có 16 đến 22 nguyên tử cacbon;

$$R^{10} = \text{hydro};$$

R^{11} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc alkyl giống hoặc khác nhau có ít nhất một nhóm hydroxyl và 1 đến 6 nguyên tử cacbon, đặc biệt là 2-hydroxyetyl và/hoặc 2-hydroxypropyl;

R^{12} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc alkyl giống hoặc khác nhau có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, đặc biệt là metyl;

A^{m-} = trong mỗi trường hợp độc lập là các anion giống hoặc khác nhau được chọn từ các anion vô cơ hoặc hữu cơ của các axit H_mA , và các dẫn xuất của chúng;

$m = 1$ đến 3, tốt hơn nếu là 1 đến 2, đặc biệt là 1;

$v = 0$ đến 30, tốt hơn nếu là 0 đến 10, đặc biệt là 1 đến 3;

$w = 0$ đến 30, tốt hơn nếu là và đặc biệt là 0 đến 10;

$x = 2$ đến 18, tốt hơn nếu là và đặc biệt là 3;

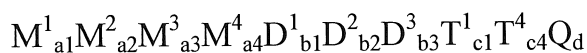
$y = 2$ đến 18, tốt hơn nếu là và đặc biệt là 3;

khác biệt ở chỗ các điều kiện (i) và (ii) được thỏa mãn:

(i) $a_2 + b_2 \geq 1$;

(ii) $a_3 + b_3 \geq 1$.

Còn được ưu tiên nữa nếu siloxan (A) là siloxan (A) có công thức (I)



Công thức (I)

với

$a_1 = 0$ đến 32, tốt hơn nếu là 0 đến 19, đặc biệt là 0 đến 12;

$a_2 = 0$ đến 32, tốt hơn nếu là 1 đến 10, đặc biệt là 1 đến 3;

$a_3 = 0$ đến 32, tốt hơn nếu là 1 đến 10, đặc biệt là 1 đến 2;

$a_4 = 0$ đến 6, tốt hơn nếu là 0 đến 1, đặc biệt là 0;

$b_1 = 1$ đến 1000, tốt hơn nếu là 5 đến 500, đặc biệt là 10 đến 400;

$b_2 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0;

$b_3 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0;

$c_1 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0 đến 4;

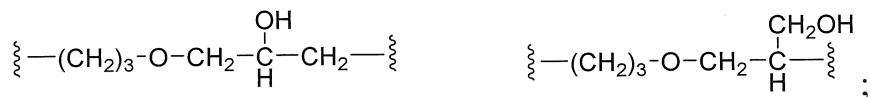
$c_4 = 0$ đến 5, tốt hơn nếu là 0 đến 2, đặc biệt là 0;

$d = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0 đến 4;

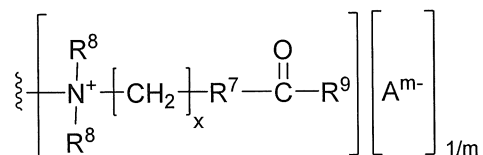
R^1 = trong mỗi trường hợp độc lập là, methyl, ethyl, propyl hoặc phenyl, đặc biệt là methyl, giống hoặc khác nhau;

$R^2 = R^{21} - R^{22}$;

R^{21} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm



R^{22} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức
(II)

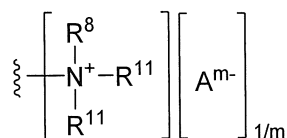


Công thức (II);

$$\text{R}^3 = \text{R}^{31}\text{---}\text{R}^{32};$$

$$\text{R}^{31} = \text{R}^{21};$$

R^{32} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức
(III)



Công thức (III)

R^4 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm axetoxy, metoxy, etoxy, n-propoxy, iso-propoxy, n-butoxy và tert-butoxy, đặc biệt là iso-propoxy;

$$\text{R}^7 = \text{---NH---};$$

$$\text{R}^8 = \text{metyl};$$

R^9 = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm các gốc alkyl có 16 đến 22 nguyên tử cacbon;

R^{11} = trong mỗi trường hợp độc lập là các gốc alkyl giống hoặc khác nhau có ít nhất một nhóm hydroxyl và 1 đến 6 nguyên tử cacbon, đặc biệt là 2-hydroxyetyl và/hoặc 2-hydroxypropyl;

A^{m-} = trong mỗi trường hợp độc lập là các anion giống hoặc khác nhau được chọn từ các anion vô cơ hoặc hữu cơ của các axit H_mA , và các dẫn xuất của chúng;

$m = 1$ đến 3, tốt hơn nếu là 1 đến 2, đặc biệt là 1;

$x = 2$ đến 18, tốt hơn nếu là và đặc biệt là 3;

khác biệt ở chỗ các điều kiện (i) và (ii) được thỏa mãn:

$$(i) a_2 + b_2 \geq 1;$$

$$(ii) a_3 + b_3 \geq 1.$$

Theo một phương án ưu tiên, siloxan (A) còn khác biệt ở chỗ hoặc điều kiện (iii) hoặc điều kiện (iv) còn được thỏa mãn:

$$(iii) a_1 = a_4 = b_2 = b_3 = c_1 = c_4 = d = 0$$

và

$$a_2 = a_3 = 1;$$

$$(iv) b_2 = b_3 = 0$$

và

$$c_1 + c_4 + d \geq 1$$

và

$$a_2 + a_3 + a_4 \geq 3, \text{ tốt hơn nếu là } a_2 \geq 2, a_3 \geq 1 \text{ và } a_4 = 0.$$

Siloxan (A) thỏa mãn điều kiện (iii) là siloxan mạch thẳng không có nhóm siloxan mạch bên, vì nó không có đơn vị T^1 , T^4 hoặc Q. Vì siloxan ngoài ra không có đơn vị M^1 hoặc đơn vị M^4 nào, nhưng có chính xác một đơn vị M^2 và chính xác một đơn vị M^3 , nên siloxan không phân nhánh này có chính xác một nhóm amit amoni có công thức (II) ở một trong hai đầu của chuỗi siloxan và chính xác một nhóm dialkanolamoni có công thức (III) ở đầu kia trong hai đầu mạch. Vì siloxan (A) đã nói ngoài ra không có đơn vị D^2 và D^3 , nên siloxan không mang bất kỳ nhóm amit amoni có công thức (II) hoặc nhóm dialkanolamoni có công thức (III) liên kết mạch bên.

Siloxan (A) mà điều kiện (iv) được thỏa mãn đến lượt nó là siloxan phân nhánh vì nó có ít nhất một đơn vị được chọn từ nhóm bao gồm các đơn vị T^1 , T^4 và Q. Siloxan phân nhánh này mang nhóm amit amoni có công thức (II) ở ít nhất một trong ít nhất ba đầu của nó và một nhóm dialkanolamoni có công thức (III) ở ít nhất một đầu khác trong số ít nhất ba đầu của nó. Vì siloxan ngoài ra không có đơn vị D^2 và D^3 , các nhóm amit

amoni có công thức (II) hoặc nhóm dialkanolamoni có công thức (III) chỉ có thể có mặt ở ít nhất ba đầu của siloxan phân nhánh này. Ngoài ra, siloxan cũng có thể mang một hoặc nhiều gốc R^4 , tức là trong mỗi trường hợp, các nhóm alkoxy hoặc nhóm axyl oxy giống hệt nhau hoặc khác nhau một cách độc lập. If an M^4 unit is present, ít nhất một R^4 gốc is được liên kết với the ends of the mạch nhánh siloxan. Nếu có đơn vị M^4 , ít nhất một gốc R^4 được liên kết với các đầu của siloxan phân nhánh. Nếu có đơn vị T^4 , ít nhất một gốc R^4 được liên kết với vị trí nhánh T. Tuy nhiên, tốt hơn nếu siloxan mà điều kiện (iv) được đáp ứng không có bất kỳ đơn vị M^4 nào, tức là, tốt hơn nếu $a_4 = 0$. Tốt hơn nữa, siloxan mà điều kiện (iv) được thỏa mãn cũng có đúng hai đơn vị M^2 và chính xác một đơn vị M^3 . Do đó, siloxan này mang nhóm amit amoni có công thức (II) ở chính xác hai trong số ít nhất ba đầu của nó và một nhóm dialkanolamoni có công thức (III) ở chính xác một trong ít nhất ba đầu của nó. Được ưu tiên đặc biệt là không có đơn vị T^4 ; tức là, đặc biệt tốt hơn nếu $c_4 = 0$. Siloxan mà điều kiện (iv) được đáp ứng cũng có thể có đơn vị M^1 . Tuy nhiên, tốt nhất là không có đơn vị M^1 ; tức là, tốt hơn nếu $a_1 = 0$.

Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm chứa ít nhất một siloxan (A).

Theo các phương án ưu tiên, chế phẩm theo sáng chế có thể chứa hoặc một hoặc nhiều siloxan (A) mà điều kiện (iii) được thỏa mãn hoặc một hoặc nhiều siloxan (A) mà điều kiện (iv) được thỏa mãn, nhưng chế phẩm này có thể chứa hỗn hợp của các chất này.

Tốt hơn nếu, chế phẩm theo sáng chế còn chứa ít nhất một siloxan được chọn từ nhóm bao gồm siloxan (B) và siloxan (C).

Siloxan (B) là siloxan khác với siloxan (A) ít nhất ở điểm là, tốt hơn nếu chính xác ở điểm là, các điều kiện (v) và (vi) sau đây được thỏa mãn chứ không phải là các điều kiện được nêu chi tiết trên đây (i) đến (iv):

$$(v) a_2 = b_2 = 0,$$

$$(vi) a_3 + b_3 \geq 2.$$

Do vậy, siloxan (B) là siloxan khác với siloxan (A) ít nhất ở điểm là, tốt hơn nếu chính xác ở điểm là, nó có ít nhất hai nhóm dialkanolamoni có công thức (III) và không có các nhóm amit amoni có công thức (II).

Siloxan (C) là siloxan khác với siloxan (A) ít nhất ở điểm là, tốt hơn nếu chính xác ở điểm là, các điều kiện (vii) và (viii) sau đây được thỏa mãn chứ không phải là các điều kiện được nêu chi tiết trên đây (i) và (iv):

$$(vii) a_3 = b_3 = 0,$$

$$(viii) a_2 + b_2 \geq 2.$$

Do vậy, siloxan (C) là siloxan khác với siloxan (A) ít nhất ở điểm là, tốt hơn nếu chính xác ở điểm là, nó có ít nhất hai nhóm amit amoni có công thức (II) và không có các nhóm dialkanolamoni có công thức (III).

Vì vậy, siloxan (B) và (C) cũng là khác nhau. Tương ứng, các siloxan (A), (B) và (C) là khác nhau.

Theo một phương án ưu tiên, đối với siloxan (A): $R^8 = \text{metyl}$, $x = 3$, $R^7 = -NR^{10}$ - với $R^{10} = H$.

Theo một phương án ưu tiên khác, đối với siloxan (A): $R^8 = \text{metyl}$, $R^{11} = -CH_2CH_2OH$ và/hoặc $-CH_2CH(CH_3)OH$.

Theo một phương án ưu tiên đặc biệt, đối với siloxan (A): $R^8 = \text{metyl}$, $x = 3$, $R^7 = -NR^{10}$ - với $R^{10} = H$, $R^{11} = -CH_2CH_2OH$ và/hoặc $-CH_2CH(CH_3)OH$.

Tốt hơn nữa nếu, đối với siloxan (B): $R^8 = \text{metyl}$, $R^{11} = -CH_2CH_2OH$ hoặc $-CH_2CH(CH_3)OH$.

Tốt hơn nữa nếu, đối với siloxan (C): $R^8 = \text{metyl}$, $x = 3$, $R^7 = -NR^{10}$ - với $R^{10} = H$.

Đặc biệt là tốt hơn nếu, R^8 , x , R^7 và R^{10} đối với siloxan (A) và (B) và R^8 và R^{11} đối với siloxan (A) và (C) là giống nhau.

Tốt hơn nếu, tỷ lệ phần trăm khối lượng của ít nhất một siloxan (A) tính trên tổng khối lượng của tất cả các siloxan, tốt hơn nữa nếu tính trên khối lượng của siloxan (A) và (B) và (C) cùng nhau, là nằm trong khoảng từ 20% đến 70%, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 25% đến 60%, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 30% đến 50%.

Theo một phương án ưu tiên, tỷ lệ phần trăm khối lượng của ít nhất một siloxan (B) tính trên tổng khối lượng của siloxan, tốt hơn nữa nếu tính trên khối lượng của siloxan (A) và (B) và (C) cùng nhau, là nằm trong khoảng từ 0% đến 15%, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1% đến 10%.

Tốt hơn nếu, tỷ lệ phần trăm khối lượng của ít nhất một siloxan (C) tính trên tổng khối lượng của siloxan, tốt hơn nữa nếu tính trên khối lượng của siloxan (A) và (B) và (C) cùng nhau, là nằm trong khoảng từ 3% đến 80%, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 5% đến 60%, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 10% đến 50%.

Nhờ quá trình điều chế, có thể chế phẩm theo sáng chế chứa các amin bậc ba. Tuy nhiên, điều tốt nhất là tỷ lệ các amin bậc ba gây kích ứng da, nhạy cảm và/hoặc gây độc nước là thấp.

Do đó, còn tốt hơn nữa nếu tỷ lệ phần trăm khối lượng của các amin bậc ba được chọn từ nhóm gồm amin este và amin amit trong chế phẩm này, tính trên tổng khối lượng của siloxan (A) và (B) và (C) cùng nhau, tổng cộng là nhỏ hơn 1%, tốt hơn nếu nhỏ hơn 0,8%, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 0,6%, còn tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 0,4%, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0% đến 0,3%, hoặc chế phẩm này không chứa amin bậc ba bất kỳ được chọn từ nhóm gồm amin amit.

Thuật ngữ “amin amit” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ N-alkylcarboxamit có ít nhất một, tốt hơn nếu chính xác một, nhóm amino bậc ba. Do vậy, amin amit trong nội dung của bản mô tả tạo thành một phần của nhóm gồm các amin bậc ba.

Thuật ngữ “amin este” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ alkyl carboxylat có ít nhất một, tốt hơn nếu chính xác một, nhóm amino bậc ba. Do vậy, amin este trong nội dung của bản mô tả tạo thành một phần của nhóm gồm các amin bậc ba.

Siloxan có các nhóm amoni bậc bốn trong nội dung của bản mô tả còn được gọi là “silicon bậc bốn” hoặc là “siloxan bậc bốn”.

Tốt hơn nữa nếu tỷ lệ phần trăm khối lượng của các amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin trong chế phẩm này, tính trên tổng khối lượng của siloxan (A) và (B) và (C), là nhỏ hơn 3%, tốt hơn nếu nhỏ hơn 2%, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 1%, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0% đến 0,5%, hoặc chế phẩm này không chứa bất kỳ amin bậc ba nào được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin.

Thuật ngữ “dialkanolamin” được sử dụng trong bản mô tả để chỉ amin bậc ba có một gốc hydrocacbon và hai gốc alkyl có nhóm chức hydroxy mỗi gốc được liên kết với nguyên tử nitơ bậc ba. Tốt hơn nếu, các dialkanolamin này được chọn từ alkyldialkanolamin (sau đây còn được gọi là N-alkyldialkanolamin).

Được ưu tiên đặc biệt là tỷ lệ phần trăm khối lượng của các amin bậc ba trong chế phẩm này, tính trên tổng khối lượng của siloxan (A) và (B) và (C), là nhỏ hơn 3%, tốt hơn nếu nhỏ hơn 2%, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 1%, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0% đến 0,5%, hoặc chế phẩm này không chứa bất kỳ amin bậc ba nào.

Tốt hơn nữa nếu tỷ lệ phần trăm khối lượng của các amin bậc ba có trọng lượng phân tử nhỏ hơn 500g/mol trong chế phẩm này, tính trên tổng khối lượng của siloxan (A) và (B) và (C), là nhỏ hơn 3%, tốt hơn nếu nhỏ hơn 2%, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 1%, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0% đến 0,5%, hoặc chế phẩm này không chứa bất kỳ amin bậc ba nào có trọng lượng phân tử nhỏ hơn 500g/mol.

Tốt hơn nếu tỷ lệ phần trăm khối lượng của các amin bậc ba được chọn từ nhóm gồm amin amit trong chế phẩm này, tính trên tổng khối lượng của siloxan (A) và (B) và (C), tổng cộng là nhỏ hơn 1%, tốt hơn nếu nhỏ hơn 0,8%, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 0,6%, đặc biệt là nhỏ hơn 0,4%, hoặc chế phẩm này không chứa bất kỳ amin bậc ba nào được chọn từ nhóm gồm amin amit.

Tốt hơn nếu tỷ lệ phần trăm khối lượng của các amin bậc ba được chọn từ nhóm gồm amin este trong chế phẩm này, tính trên tổng khối lượng của siloxan (A) và (B) và (C), tổng cộng là nhỏ hơn 1%, tốt hơn nếu nhỏ hơn 0,8%, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 0,6%, đặc biệt là nhỏ hơn 0,4%, hoặc chế phẩm này không chứa bất kỳ amin bậc ba nào được chọn từ nhóm gồm amin este.

Theo nội dung sáng chế, ưu tiên sử dụng các amin không gây ra bất kỳ tổn thương nào cho da hoặc tác động độc hại qua da và không gây hại cho môi trường, đặc biệt là không gây bất lợi cho các đặc tính của nước thải. Tốt hơn hết là các amin bắt buộc phải ghi nhãn bằng một hoặc nhiều cụm từ H sau đây theo phân loại GHS nên tránh:

H310 Gây tử vong khi tiếp xúc với da

H311 Độc khi tiếp xúc với da

H312 Có hại khi tiếp xúc với da

H314 Gây bỏng da nghiêm trọng và tổn thương mắt

H315 Gây kích ứng da

H317 Có thể gây dị ứng da

H400 Rất độc đối với đời sống thủy sinh

H410 Rất độc đối với đời sống thủy sinh với ảnh hưởng lâu dài

H411 Độc đối với đời sống thủy sinh với những ảnh hưởng lâu dài

H412 Có hại cho đời sống thủy sinh với những ảnh hưởng lâu dài

H413 Có thể gây ra tác hại lâu dài đối với đời sống thủy sinh

Phương pháp điều chế các silicon/siloxan có các nhóm amoni bậc bốn (silicon bậc bốn) từ siloxan có nhóm chức epoxy và amin bậc ba là đã biết đối với người có chuyên môn trong lĩnh vực kỹ thuật này. Silicon bậc bốn có thể được điều chế bằng quy trình đã biết trong tình trạng kỹ thuật như được mô tả, ví dụ, trong DE 3719086 C1, DE 3802622 A1 và DE 102010000993 A1.

Tốt hơn nếu, siloxan theo sáng chế được điều chế bằng quy trình theo sáng chế, bằng cách cho siloxan có nhóm chức epoxy phản ứng với hỗn hợp của các amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu các amin amit, và amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin.

Do đó, sáng chế cũng đề cập đến quy trình, tốt hơn nếu để điều chế siloxan (A) theo sáng chế và/hoặc chế phẩm theo sáng chế chứa siloxan (A) nêu trên, trong đó quy trình này bao gồm ít nhất một bước quy trình trong đó ít nhất một siloxan có nhóm chức epoxy có ít nhất hai nhóm epoxy được cho phản ứng với cả ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, và với ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin để tạo ra các nhóm amoni bậc bốn.

Tốt hơn nếu, các amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este là amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm amin amit. Do vậy, quy trình trong đó amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm amin amit được sử dụng là được ưu tiên hơn quy trình trong đó amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm amin este được sử dụng.

Tốt hơn nếu, quá trình biến đổi siloxan có nhóm chức epoxy tạo ra các nhóm amoni bậc bốn mà tạo ra từ hoặc phản ứng của ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, hoặc từ phản ứng của ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin với

ít nhất một của ít nhất hai nhóm epoxy trong mỗi trường hợp trong siloxan có nhóm chức epoxy.

Tốt hơn nếu, các nhóm epoxy được sử dụng với số mol dư, tốt hơn nữa nếu với lượng mol tương đương so với các nhóm amin bậc ba, để các amin bậc ba được biến đổi đến mức tối đa và hàm lượng còn lại của chúng sau phản ứng được giảm thiểu, và tốt hơn nữa nếu các epoxysilan cũng được biến đổi bổ sung đến mức tối đa và hàm lượng còn lại của chúng sau phản ứng được giảm thiểu.

Do đó, tốt hơn nếu tỷ lệ mol của các nhóm amino bậc ba so với các nhóm epoxy là nằm trong khoảng từ 0,8:1 đến 1:1, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,9:1 đến 1, còn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,95:1 đến 1:1, còn tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,99:1 đến 1:1, đặc biệt là 1:1.

Tốt hơn nữa nếu tỷ lệ mol (mV_1) của các nhóm amino bậc ba là một phần của amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, so với các nhóm epoxy là nằm trong khoảng từ 0,6:1 đến 0,8:1, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,65:1 đến 0,75:1, đặc biệt là 0,7:1.

Còn tốt hơn nữa nếu tỷ lệ mol (mV_2) của các nhóm amino bậc ba là một phần của amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin so với các nhóm epoxy là nằm trong khoảng từ 0,4:1 đến 0,2:1, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,35:1 đến 0,25:1, đặc biệt là 0,3:1.

Tốt hơn nếu điều kiện sau đây được thỏa mãn ở đây $(mV_1) + (mV_2) = 1:1$.

Tốt hơn nữa nếu tỷ lệ mol của ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, so với ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin là nằm trong khoảng từ 90:10 đến 60:40, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 80:20 đến 65:35, đặc biệt là 70:30.

Đặc biệt là tốt hơn nếu là, tỷ lệ mol của các amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm amin amit so với amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm alkyldialkanolamin là nằm trong khoảng từ 90:10 đến 60:40, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 80:20 đến 65:35, đặc biệt là 70:30.

Kết quả là, tỷ lệ của các nhóm amoni bậc bốn thu được từ amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin và tỷ lệ của nhóm amoni bậc bốn có thu được từ amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, có thể được điều chỉnh một cách thuận lợi.

Theo phương án thứ nhất của quy trình, ít nhất một siloxan có nhóm chức epoxy được phản ứng trong một bước của quy trình với ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin, và sản phẩm phản ứng thu được được phản ứng thêm trong bước quy trình tiếp theo gián tiếp hoặc trực tiếp với ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit.

Theo phương án thứ hai của quy trình, được ưu tiên hơn phương án thứ nhất của quy trình, ít nhất một siloxan chức epoxy được phản ứng trong một bước của quy trình với ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, và sản phẩm phản ứng thu được được phản ứng thêm trong một bước của quy trình tiếp theo gián tiếp hoặc trực tiếp với ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin.

Theo phương án thứ ba của quy trình, được ưu tiên hơn so với phương án thứ nhất và phương án thứ hai của quy trình, ít nhất một siloxan chức epoxy được phản ứng với hỗn hợp của ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, và ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin.

Tốt hơn nếu khi phản ứng của ít nhất một siloxan có nhóm chức epoxy chuyển 90% đến 100% các nhóm epoxy, tốt hơn nếu hơn 92%. Con số % ở đây cho biết số lượng nhóm epoxy được biến đổi chia cho số lượng nhóm epoxy được sử dụng. Sự biến đổi của các nhóm epoxy, còn được gọi là biến đổi epoxy, có thể được xác định với sự hỗ trợ của quang phổ ^1H NMR như được mô tả trong các ví dụ.

Tốt hơn nếu, các sản phẩm của quy trình, sau phản ứng của amin bậc ba và ít nhất một siloxan có nhóm chức epoxy, được phân tích về sự vắng mặt của các nhóm epoxy còn lại như được mô tả trong phần ví dụ. Nếu ít hơn 90% nhóm epoxy đã được biến đổi, phản ứng được tiến hành tiếp cho đến khi đạt được độ biến đổi 90% trở lên. Tốt hơn nếu, lô bị loại bỏ nếu không đạt được độ biến đổi từ 90% trở lên.

Để biến đổi các amin bậc ba, nên đẩy nhanh phản ứng bằng chất xúc tác. Chất xúc tác được sử dụng tốt nhất là axit cacboxylic, tốt nhất là axit axetic, axit isononanoic, axit lactic, đặc biệt là axit axetic.

Tốt hơn nếu sử dụng chất xúc tác theo tỷ lệ phần trăm khối lượng từ 0,5% đến 8%, tốt hơn nếu từ 1% đến 5%, dựa trên tổng khối lượng của các chất phản ứng, tức là bỏ qua các thành phần không phản ứng khác, ví dụ như dung môi.

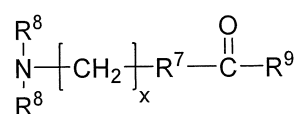
Phản ứng của siloxan có nhóm chức epoxy với các amin bậc ba có thể được thực hiện khi có mặt hoặc không có mặt, nhưng tốt nhất là khi có mặt dung môi. Các dung môi hữu cơ thích hợp được sử dụng tốt nhất là rượu béo khan, glycol hoặc glycol ete, ví dụ metanol, etanol, propanol, butanol, 2-propanol, tert-butanol, propylen glycol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, hexylen glycol, pentylen glycol, butyldiglycol, dipropylen glycol dimetyl ete, dipropylen glycol monometyl ete, propylen glycol monometyl ete, tripropylen glycol monometyl ete, đặc biệt là 2-propanol, dipropylen glycol, hexylen glycol.

Tốt hơn nếu, sản phẩm phản ứng thu được được tinh chế bằng cách cho nó vào quá trình tách nhiệt thích hợp.

Các quá trình tách nhiệt được gọi bằng thuật ngữ này đối với người có chuyên môn trong lĩnh vực kỹ thuật này và bao gồm tất cả các quá trình dựa trên việc thiết lập cân bằng pha nhiệt động lực học. Các quy trình tách nhiệt được ưu tiên được lựa chọn từ danh sách bao gồm chưng cất, tinh cất, hấp phụ, kết tinh, chiết xuất, hấp thụ, làm khô và đóng băng, đặc biệt ưu tiên cho các phương pháp chưng cất và tinh cất.

Do đó, một phương án ưu tiên của quy trình này bao gồm, như một bước quy trình khác, chưng cất và/hoặc tinh chế các sản phẩm phản ứng. Việc chưng cất và/hoặc tinh chế có thể được thực hiện, ví dụ, bằng thiết bị bay hơi thùng quay, tốt hơn nếu ở nhiệt độ 20 đến 250°C, tốt hơn nếu là 40 đến 180°C và tốt hơn nếu là 50 đến 150°C, trong đó áp suất tốt hơn nếu là từ 0,0001 đến 0,75 bar, thậm chí tốt hơn nếu là từ 0,001 đến 0,2 bar và tốt hơn nữa nếu từ 0,01 đến 0,1 bar. Quá trình chưng cất và/hoặc tinh chế đặc biệt thuận lợi để loại bỏ các thành phần dễ bay hơi, đặc biệt là các dung môi.

Amin este và/hoặc amin amit được ưu tiên sử dụng là các chất có công thức (VII)



Công thức (VII);

trong đó R^7 , R^8 , R^9 và x được xác định như trong công thức (II).

Ưu tiên đặc biệt là sử dụng amin amit có công thức (VII).

Các amin amit được sử dụng trong quy trình theo sáng chế tốt hơn nếu là sản phẩm phản ứng từ phản ứng của dimethylaminoalkylamin, đặc biệt là dimethylaminopropylamin (DMAPA) với các axit béo hoặc este của axit béo, ví dụ như triglycerit của axit béo. Đặc biệt ưu tiên cho các amin amit có nguồn gốc từ các axit béo có 10 đến 30, tốt hơn nữa nếu 12 đến 22, thậm chí tốt hơn nữa nếu 12 đến 18, đặc biệt là 16 đến 18, nguyên tử cacbon.

Do đó, ưu tiên đặc biệt là sử dụng amin amit có công thức (VII) với $R^8 = \text{metyl}$, $x = 3$, $R^7 = -NR^{10}-$ với $R^{10} = H$.

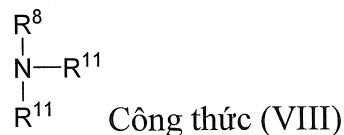
Tốt hơn nữa nếu, R^9 được chọn từ nhóm bao gồm các gốc alkyl có 9 đến 29, tốt hơn nữa nếu 11 đến 21, còn tốt hơn nữa nếu 11 đến 17, đặc biệt là 15 đến 17, nguyên tử cacbon, trong đó các gốc alkyl này là không được thế hoặc được thế bằng nhóm hydroxyl, mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, tốt hơn nếu không được thế, mạch thẳng và no.

Đặc biệt được ưu tiên là amin amit được bán trên thị trường dưới tên thương mại Tegoamid® từ Evonik, ví dụ 3-N,N-dimethylaminopropylcocoamid (Tegoamid® D 5040 và Tegoamid® CNF), 3-N,N-dimethylaminopropylstearamid (Tegoamid® S 18) và 3-N,N-dimethylaminopropylpalmitamid (Tegoamid® PKFC).

Các amin amit thích hợp khác được bộc lộ trong ấn phẩm *Safety Assessment of Fatty Acid Amidopropyl Dimethylamines as Used in Cosmetics, Final Report, Release Date: June 24, 2014, Panel meeting Date: June 9-10, 2014, Cosmetic Ingredient Review* (<https://www.cir-safety.org/sites/default/files/amidoa062014final.pdf>), nội dung bộc lộ rõ ràng về vấn đề này được kết hợp vào bản mô tả bằng cách viện dẫn. Ví dụ về các amin amit này bao gồm: almondamidopropyl dimethylamin; avocadamidopropyl dimethylamin; babassuamidopropyl dimethylamin; behenamidopropyl dimethylamin; brassicamidopropyl dimethylamin; cocamidopropyl dimethylamin; dilinoleamidopropyl dimethylamin; isostearamidopropyl dimethylamin; lauramidopropyl dimethylamin; linoleamidopropyl dimethylamin; minkamidopropyl dimethylamin; myristamidopropyl dimethylamin; oatamidopropyl dimethylamin; oleamidopropyl dimethylamin; olivamidopropyl

dimetylamin; palmitamidopropyl dimetylamin; ricinoleamidopropyl dimetylamin; sesamidopropyl dimetylamin; soyamidopropyl dimetylamin; stearamidopropyl dimetylamin; amidopropyl dimetylamin hạt hướng dương; tallamidopropyl dimetylamin; tallowamidopropyl dimetylamin; germamidopropyl dimetylamin lúa mỳ.

Các dialkanolamin được ưu tiên sử dụng là các chất có công thức (VIII)



trong đó R^8 và R^{11} được xác định như trong công thức (III).

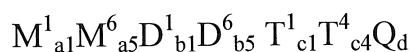
Tốt hơn nữa nếu, dialkanolamin được chọn từ nhóm bao gồm N-metyldietanolamin ($\text{R}^8 = -\text{CH}_3$ và $\text{R}^{11} = -\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$), N-etyldietanolamin ($\text{R}^8 = -\text{CH}_2\text{CH}_3$ và $\text{R}^{11} = -\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$), N-metylđiisopropanolamin ($\text{R}^8 = -\text{CH}_3$ và $\text{R}^{11} = -\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH}$), N-etylđiisopropanolamin ($\text{R}^8 = -\text{CH}_2\text{CH}_3$ và $\text{R}^{11} = -\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH}$), N-isopropyldiaminoetanol ($\text{R}^8 = -\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ và $\text{R}^{11} = -\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$), N-butyldietanolamin ($\text{R}^8 = -\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ và $\text{R}^{11} = -\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$), và các sản phẩm alkoxyl hóa của chúng, trong đó các sản phẩm alkoxyl hóa tốt nhất là có thể tạo ra được bằng phản ứng với etylen oxit, propylen oxit, butylen oxit hoặc hỗn hợp của hai hoặc ba alkylen oxit được đề cập theo cách mà người có chuyên môn trong lĩnh vực kỹ thuật này đã biết.

Các chất dialkanolamin được sử dụng với ưu tiên đặc biệt là N-metyldietanolamin ($\text{R}^8 = -\text{CH}_3$ và $\text{R}^{11} = -\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) và N-metylđiisopropanolamin ($\text{R}^8 = -\text{CH}_3$ và $\text{R}^{11} = -\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH}$).

Đã bất ngờ phát hiện ra rằng phản ứng của siloxan có nhóm chức epoxy với alkyldialkanolamin hoặc dialkylalkanolamin tương ứng dẫn đến biến đổi nhóm epoxy cao, trong khi sự biến đổi của nhóm epoxy chỉ thấp hoặc bằng không trong phản ứng với trialkanolamin tương ứng. Ngoài ra, đã bất ngờ phát hiện ra rằng việc sử dụng alkyldialkanolamin trong hỗn hợp với các amin amit dẫn đến hàm lượng còn lại của các amin amit thấp hơn so với việc sử dụng các dialkylalkanolamin tương ứng trong hỗn hợp với các amin amit. Ngoài ra, cũng đã bất ngờ phát hiện ra rằng các alkyldialkanolamin thường ít gây kích ứng da và/hoặc nhạy cảm và/hoặc gây độc nước hơn các dialkylalkanolamin tương ứng.

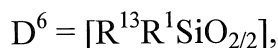
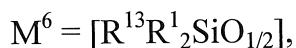
Theo một phương án ưu tiên của quy trình, hàm lượng còn lại của các amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, sau phản ứng, theo tỷ lệ phần trăm khối lượng tính trên tổng khối lượng của chế phẩm này, là nhỏ hơn 1%, tốt hơn nếu là nhỏ hơn 0,8%, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 0,6%, đặc biệt là nhỏ hơn 0,4%.

Theo một phương án ưu tiên của quy trình, siloxan có nhóm chức epoxy là siloxan có công thức (VI)

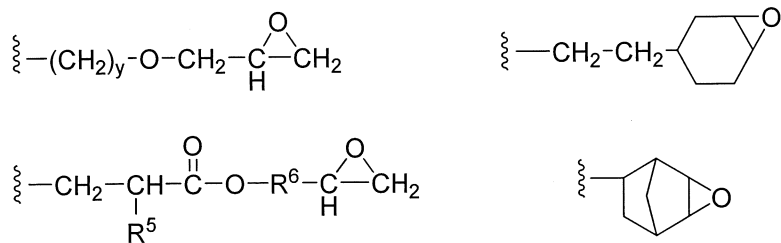


(VI)

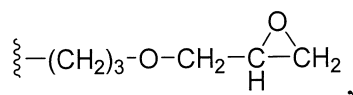
với



R^{13} = độc lập với nhau là các gốc epoxy hữu cơ giống hoặc khác nhau, tốt hơn nếu được chọn từ nhóm bao gồm



đặc biệt là



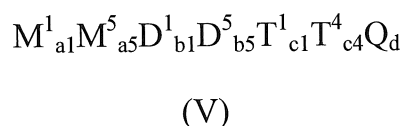
trong đó

M^1 , D^1 , T^1 , T^4 , Q , $a1$, $a5$, $b1$, $b5$, $c1$, $c4$, d , R^1 , R^5 , R^6 và y được xác định như trong công thức (I).

Tốt hơn nếu, ít nhất một siloxan có nhóm chức epoxy được điều chế bằng phản ứng hydrosilyl hóa ít nhất một epoxit không no olefin.

Tùy ý, ít nhất một siloxan có nhóm chức epoxy, tốt hơn nếu là siloxan có nhóm chức epoxy có công thức (VI), trước khi biến đổi chúng, được tinh chế trong đó nó phải trải qua quá trình tách nhiệt thích hợp.

Tốt hơn nữa nếu, siloxan có nhóm chức epoxy được điều chế bằng phản ứng hydrosilyl hóa ít nhất một epoxit không no olefin, tốt hơn nếu là được chọn từ nhóm bao gồm allyl glycidyl ete, vinylcyclohexen monoxit và norbornadien monoepoxit, đặc biệt là allyl glycidyl ete, bằng ít nhất một siloxan có nhóm chức SiH có công thức (V)



với

$$M^5 = [R^1_2SiHO_{1/2}],$$

$$D^5 = [R^1SiHO_{2/2}],$$

$a_5 = 0$ đến 32, tốt hơn nếu là 1 đến 10, tốt hơn nữa nếu 2 đến 3, đặc biệt là 2;

$b_5 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0;

trong đó

$M^1, D^1, T^1, T^4, Q, a_1, b_1, c_1, c_4, d$ và R^1 được xác định như trong công thức (I).

Phản ứng hydrosilyl hóa được thực hiện theo cách mà người có chuyên môn trong lĩnh vực kỹ thuật này đã biết.

Phản ứng hydrosilyl hóa trong quy trình theo sáng chế tốt hơn nếu là được xúc tác với sự hỗ trợ của các chất xúc tác nhóm platin quen thuộc đối với người có chuyên môn trong lĩnh vực kỹ thuật này, tốt hơn nữa nếu với sự hỗ trợ của chất xúc tác Karstedt.

Phản ứng hydrosilyl hóa có thể được thực hiện khi có hoặc không có, nhưng tốt nhất là khi có mặt, dung môi. Các dung môi hữu cơ thích hợp được sử dụng tốt hơn nếu là toluen, xylene hoặc isopropanol. Các dung môi được sử dụng tốt hơn nếu ở dạng khan. Nếu dung môi có một nhóm phản ứng, đặc biệt là một nhóm hydroxyl, điều này có thể dẫn đến các sản phẩm phụ SiOC ở mức độ nhỏ.

Tốt hơn nếu phản ứng hydrosilyl hóa biến đổi hơn 95%, tốt hơn nữa nếu hơn 97%, đặc biệt là 99% đến 100%, của các nhóm SiH. Các con số % cho biết số lượng nhóm SiH

được chuyển đổi chia cho số lượng nhóm SiH được sử dụng. Các nhóm SiH được phát hiện theo phương pháp đã biết với người có chuyên môn trong lĩnh vực kỹ thuật này, tốt nhất là bằng phương pháp thể tích khí sau khi phân hủy kiềm. Điều này có thể được thực hiện, ví dụ, bằng cách cho một mẫu của hỗn hợp phản ứng với dung dịch natri butoxit butanolic (hàm lượng natri butoxit = 5% khối lượng) và kết luận lượng chức năng SiH vẫn có mặt từ lượng hydro được tạo ra.

Tùy ý, ít nhất một siloxan có nhóm chức SiH có công thức (V), trước phản ứng hydrosilyl hóa, được tinh chế bằng quá trình tách nhiệt thích hợp.

Tương tự tùy ý, siloxan có nhóm chức epoxy thu được được tinh chế, tốt hơn nếu là bằng quy trình phân tách nhiệt như đã mô tả ở trên.

Tương tự như vậy, siloxan chức SiH có thể thu được bằng các phương pháp đã biết thông qua cân bằng. Phương pháp điều chế siloxan có chức SiH mạch thẳng bằng phương pháp cân bằng với axit triflometansulfonic được mô tả, ví dụ, trong US 5578692 hoặc EP 2176319 B1.

Do phương pháp điều chế, có thể là các sản phẩm của quy trình chứa siloxan mạch vòng octametylxyclotetrasiloxan và decametylxyclopentasiloxan. Octametylxyclotetrasiloxan và decametylxyclopentasiloxan không phân hủy sinh học. Octametylxyclotetrasiloxan cũng được quan tâm về độc tính. Vì những lý do này, điều thuận lợi là tỷ lệ mol của decametylxyclopentasiloxan và/hoặc octametylxyclotetrasiloxan là tối thiểu.

Theo một phương án ưu tiên của chế phẩm theo sáng chế và của sản phẩm của quy trình theo sáng chế, tỷ lệ phần trăm khối lượng của decametylxyclopentasiloxan, tính trên tổng lượng chế phẩm theo sáng chế hoặc tổng sản phẩm của quy trình theo sáng chế, là nhỏ hơn 1% và đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0% đến 0,1%.

Theo một phương án ưu tiên của chế phẩm theo sáng chế và sản phẩm của quy trình theo sáng chế, tỷ lệ phần trăm khối lượng của octametylxyclotetrasiloxan, tính trên tổng lượng chế phẩm theo sáng chế hoặc tổng sản phẩm của quy trình theo sáng chế, là nhỏ hơn 1% và đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0% đến 0,1%.

Quy trình theo sáng chế tốt hơn nếu có thể được thực hiện theo cách có hai bước quy trình: 1. điều chế siloxan nhóm chức epoxy và 2. cho siloxan nhóm chức epoxy phản

ứng với amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, và amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin để tạo ra silicon bậc bốn theo sáng chế. Các bước quy trình của phương án ưu tiên nêu trên của sáng chế có thể được tiến hành trong quy trình theo sáng chế như các bước liên tiếp được tiến hành riêng biệt, mỗi bước dưới dạng phản ứng một nồi hoặc dưới sự khống chế định lượng, nhưng tốt hơn nếu dưới sự khống chế định lượng. Phản ứng có thể được tiến hành theo từng mẻ, bán liên tục hoặc liên tục. Phản ứng có sự khống chế định lượng đặc biệt được ưu tiên trong bước 1 và 2 của quy trình có thể được thực hiện khi có hoặc không có dung môi. Các dung môi hữu cơ thích hợp được sử dụng cho bước quy trình đầu tiên tốt hơn nếu là toluen, xylen hoặc 2-propanol. Các dung môi hữu cơ thích hợp được sử dụng cho bước quy trình thứ hai tốt hơn nếu là rượu béo khan, glycol hoặc ete glycol, ví dụ metanol, etanol, propanol, butanol, 2-propanol, tert-butanol, propylen glycol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, hexylen glycol, pentylen glycol, butyldiglycol, dipropylen glycol dimetyl ete, dipropylen glycol monometyl ete, propylen glycol monometyl ete, tripropylen glycol monometyl ete, đặc biệt là 2-propanol, dipropylen glycol, hexylen glycol.

Nếu dung môi có một nhóm phản ứng, đặc biệt là một nhóm hydroxyl, nó có thể dẫn đến các sản phẩm phụ SiOC ở mức độ nhỏ. Các nhóm hydroxyl trong dialkanolamin được sử dụng cũng có thể tạo thành sản phẩm phụ SiOC với lượng vết.

Các chất phản ứng có thể có theo sáng chế ở bất kỳ nồng độ mong muốn nào trong dung môi, ví dụ 5% đến 99% khối lượng, tốt hơn nếu là 80% đến 95% khối lượng, đặc biệt là tốt hơn nếu là 85% đến 95% khối lượng, tính trên tổng lượng chế phẩm.

Theo một phương án ưu tiên, quy trình theo sáng chế có thể được tiến hành ở nhiệt độ từ 10°C đến 150°C, tốt hơn nếu từ 25°C đến 100°C, tốt hơn nữa nếu từ 40°C đến 90°C.

Theo một phương án ưu tiên, quy trình theo sáng chế tốt hơn nếu có thể được tiến hành ở áp suất nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2 MPa (0,5 đến 20 bar), tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,5 MPa (1 đến 5 bar), đặc biệt là tốt hơn nếu ở áp suất chuẩn.

Phản ứng theo sáng chế có thể được tiến hành trong ánh sáng ban ngày hoặc loại trừ ánh sáng, tốt nhất là trong ánh sáng ban ngày.

Phản ứng theo sáng chế có thể được tiến hành trong điều kiện trơ (nitơ, argon) hoặc trong môi trường oxy và/hoặc không khí, tốt nhất là trong môi trường nitơ.

Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm có thể thu được bằng quy trình theo sáng chế.

Theo một phương án ưu tiên, chế phẩm theo sáng chế chứa nước như một thành phần khác.

Tốt hơn nếu chế phẩm này là nhũ tương nước.

Tốt hơn nữa nếu chế phẩm này, tốt hơn nếu là nhũ tương nước, chứa các thành phần sau theo phần khối lượng tính trên tổng khối lượng của chế phẩm này: a) 20% đến 99,5%, tốt hơn nếu là 40% đến 97%, đặc biệt là 60% đến 95%, nước; b) 0,5% đến 80%, tốt hơn nếu là 3% đến 60%, đặc biệt là 5% đến 40%, ít nhất một siloxan chứa ít nhất một siloxan (A) và tốt hơn nếu là ít nhất một siloxan (B) và/hoặc ít nhất một siloxan (C); c) tốt hơn nếu là 1% đến 10% ít nhất một chất nhũ hóa; d) tốt hơn nếu là 5% đến 20% ít nhất một glycol; và e) tốt hơn nếu là 0% đến 1% axit axetic.

Các chế phẩm theo sáng chế, đặc biệt là nhũ tương nước, tốt hơn nếu bao gồm các chất phụ gia có thể được chọn từ nhóm bao gồm chất tăng cường, chất nhũ hóa, dung môi, nước hoa, chất mang nước hoa, thuốc nhuộm, chất điều chỉnh độ nhớt, chất khử bọt, chất bảo quản, thành phần kháng khuẩn hoạt tính, chất diệt khuẩn, thuốc diệt nấm, chất chống oxy hóa, dung môi hữu cơ, polyme không chứa siloxan và các polyme chứa siloxan không theo sáng chế khác, ví dụ ví dụ như dầu silic có chứa siloxan không theo sáng chế, chất hoạt động bề mặt, chất xây dựng, chất tẩy trắng, chất hoạt hóa tẩy trắng, enzym, chất huỳnh quang, chất ức chế bọt, chất chống lắng đọng, chất làm sáng quang học, chất ức chế xỉ màu, chất chống nhăn, chất chống tăng nhiệt, chất ức chế chuyển thuốc nhuộm, chất ức chế ăn mòn, chất chống tĩnh điện không theo sáng chế, chất đăng, chất hỗ trợ là ui, chất làm vải không thấm nước và chống thấm, chất chống trượt và chống trượt, muối độn trung tính và chất hấp thụ tia cực tím. Ở đây, các chất từ một lớp này cũng có thể hiển thị hiệu quả ở lớp khác.

Đặc biệt hơn, các chế phẩm theo sáng chế thể chứa từ 0,001% đến 40% khối lượng, tốt hơn nữa nếu 0,01% đến 20% khối lượng, một hoặc nhiều chất phụ gia hoặc chất trợ khác nhau, tính trên tổng khối lượng của siloxan (A) và (B) và (C) hoặc sản phẩm của quy trình theo sáng chế.

Tốt hơn nữa, các chế phẩm theo sáng chế là ở dạng cô đặc, hợp chất/nhũ tương cô đặc và/hoặc công thức nước của chúng, nhũ tương và/hoặc dung dịch nước, và/hoặc công thức hoặc nhũ tương trong các hợp chất hữu cơ như polyete, polyol, rượu.

Các chế phẩm đặc biệt được ưu tiên khác theo sáng chế là các chất cô đặc chứa siloxan theo sáng chế hoặc các sản phẩm của quy trình theo sáng chế với nồng độ từ 75% đến 99,99% khối lượng, tính trên tổng lượng chế phẩm. Do đó, chỉ có một tỷ lệ nhỏ dung môi được thêm vào các chất cô đặc này. Tốt hơn nữa các chất cô đặc không phải là dung dịch nước.

Các chế phẩm đặc biệt được ưu tiên hơn nữa theo sáng chế là hợp chất hoặc nhũ tương cô đặc có chứa siloxan theo sáng chế hoặc các sản phẩm của quy trình theo sáng chế với nồng độ từ 40% đến 90% khối lượng, tốt nhất là 50% đến 80% khối lượng, tính trên tổng khối lượng. Các thành phần khác của hợp chất hoặc nhũ tương cô đặc này là nước và/hoặc dung môi được chọn từ nhóm glycol, rượu không phân nhánh và/hoặc có nhánh và/hoặc ete ankyl có 1 đến 6 nguyên tử cacbon và tùy chọn một hoặc nhiều chất nhũ hóa không ion, ví dụ: rượu etoxylat có 3 đến 25 đơn vị etylen oxit. Hợp chất cô đặc và nhũ tương thường tan trong nước hoặc tự nhũ hóa.

Các nhũ tương nước được ưu tiên đặc biệt theo sáng chế, tốt hơn nữa là vi nhũ tương, là chất làm thay đổi cảm giác sờ tay để xử lý vải dệt.

Vải trong phạm vi sáng chế là vải rắn hoặc được cấu tạo từ các loại sợi, chẳng hạn như gỗ, bông, polyeste, polyamit, sợi tổng hợp, giấy và bìa cứng, visco, xenlulo và/hoặc sợi gốc lignin. Tương tự như vậy, các loại vải theo sáng chế bao gồm các bề mặt cứng bằng kim loại, gốm, thủy tinh, gỗ hoặc nhựa.

Các loại vải được ưu tiên chọn từ nhóm bao gồm các loại vải dệt thoi, tóc và lông thú, ưu tiên đặc biệt là các loại vải dệt thoi, đồ dệt kim vòng sợi, đồ dệt kim vòng, sản phẩm không dệt, khăn giấy (sợi giấy) và/hoặc các loại sợi khác làm từ nguyên liệu tự nhiên và/hoặc tổng hợp.

Các chế phẩm đặc biệt được ưu tiên theo sáng chế là chất làm thay đổi cảm giác sờ tay để hoàn thiện tạm thời hoặc lâu dài hàng dệt.

Các chế phẩm theo sáng chế có thể tùy ý còn chứa các chất làm mềm hàng dệt không theo sáng chế. Đây là một hoặc nhiều hợp chất làm mềm hàng dệt cation có một

hoặc nhiều nhóm alkyl mạch dài trong một phân tử. Các hợp chất làm mềm vải dẹt cation được sử dụng rộng rãi bao gồm, ví dụ, hợp chất quat alkanolamin-este hoặc các hợp chất amoni bậc bốn đã biết, được este hóa với hai nhóm C18-axyl. Các hợp chất amoni thích hợp khác được bộc lộ trong US 2010/0184634 trong các đoạn từ [0027] đến [0068], nội dung bộc lộ rõ ràng về mặt này được kết hợp vào sáng chế bằng cách viện dẫn.

Bằng cách pha loãng với nước, có thể sử dụng chất cô đặc, dạng cô đặc nhũ tương và công thức theo sáng chế, ví dụ, để sản xuất chất hoàn thiện theo sáng chế cho hàng dệt.

Các nhũ tương nước theo sáng chế làm chất làm thay đổi cảm giác sờ tay cho vải dệt có chứa siloxan theo sáng chế hoặc các sản phẩm của quy trình theo sáng chế theo tỷ lệ phần trăm khối lượng từ 3% đến 35%, tốt hơn nếu từ 5% đến 25%, đặc biệt là 7% đến 20%, trên tổng lượng chế phẩm.

Chất nhũ hóa được sử dụng thường là etoxylat rượu béo có mức độ etoxyl hóa từ 3 đến 12, cụ thể là theo tỷ lệ phần trăm khối lượng của siloxan (A), (B) và (C) cùng nhau với etoxylat rượu béo là 20:1 đến 1:1. Tương tự như vậy, glycol có điểm sôi cao như dipropylen glycol hoặc butyldiglycol cũng thường được sử dụng. Những glycol này có thể thay thế hoàn toàn hoặc một phần etoxylat rượu béo.

Tốt hơn nếu chất nhũ hóa có trong các chế phẩm theo sáng chế và nhũ tương nước theo sáng chế theo tỷ lệ phần trăm khối lượng từ 1% đến 10%, tốt hơn nữa nếu từ 1,5% đến 8%, tính trên tổng lượng chế phẩm.

Chất khử bọt được sử dụng có thể là bất kỳ chất khử bọt nào được biết là thích hợp cho các loại chất lỏng dệt dạng nước đã biết trong tình trạng kỹ thuật. Ví dụ về các chất khử bọt thương mại phù hợp có sẵn dưới tên Dow Corning® DB-110A và TEGO® Antifoam® MR 1015.

Tốt hơn nếu chế phẩm theo sáng chế chứa ít nhất một chất khử bọt với tỷ lệ theo khối lượng từ 0,0001% đến 0,05%, tốt hơn nếu từ 0,001% đến 0,01%, tính trên tổng lượng chế phẩm.

Là chất bảo quản, chế phẩm có thể bao gồm các thành phần diệt khuẩn và/hoặc diệt nấm hoạt tính được biết đến là phù hợp như đã biết trong tình trạng kỹ thuật, ưu tiên các hoạt chất hòa tan trong nước. Ví dụ về các chất diệt khuẩn thương mại thích hợp là

metylparaben, 2-bromo-2-nitropropan-1,3-diol, 2-metyl-4-isothiazolin-3-on và 5-clo-2-metyl-4-isothiazolin-3-on.

Chế phẩm theo sáng chế cũng có thể chứa chất bảo quản, tốt hơn nếu là chất ức chế quá trình oxy hóa. Ví dụ về các chất ức chế oxy hóa thương mại thích hợp là axit ascorbic, 2,6-di-tert-butyl-4-metylphenol (BHT), butylhydroxyanisol (BHA), tocopherol và propyl gallate. Tốt hơn nếu, các chế phẩm theo sáng chế có chứa ít nhất một chất bảo quản theo tỷ lệ phần trăm khối lượng từ 0,0001% đến 0,5%, tốt hơn nếu từ 0,001% đến 0,2%, tính trên tổng lượng chế phẩm. Đặc biệt, các chế phẩm có thể chứa ít nhất một chất ức chế oxy hóa với tỷ lệ theo khối lượng từ 0,001% đến 0,1%, tốt hơn nếu từ 0,001% đến 0,01%, tính trên tổng lượng chế phẩm.

Là dung môi hữu cơ, chế phẩm có thể bao gồm rượu mạch ngắn, glycol và glycol monoete, ưu tiên cho etanol, 2-propanol, propan-1,2-diol và dipropylen glycol. Đặc biệt, các chế phẩm theo sáng chế có thể chứa ít nhất một dung môi hữu cơ với tỷ lệ 0,1% đến 10% theo khối lượng, tốt hơn nếu từ 0,2% đến 5%, tính trên tổng lượng chế phẩm.

Sáng chế còn mô tả sử dụng siloxan và/hoặc các chế phẩm và/hoặc sản phẩm của quy trình theo sáng chế a) để xử lý, tốt hơn nếu hoàn thiện và/hoặc ngâm tẩm, các cấu trúc hai chiều; b) trong các công thức làm sạch và chăm sóc cho gia đình và cho mục đích công nghiệp, đặc biệt là trong các chất làm mềm vải; c) trong các chế phẩm mỹ phẩm, dược phẩm và da liễu, đặc biệt là trong các công thức làm sạch và chăm sóc mỹ phẩm, các sản phẩm chăm sóc tóc và các sản phẩm dùng sau khi chăm sóc tóc; và/hoặc d) để làm sạch và chăm sóc bề mặt cứng, tốt hơn nếu để làm sạch và chăm sóc xe có động cơ, đặc biệt là làm phụ gia hỗ trợ làm khô cho các cơ sở rửa xe.

Ưu tiên sử dụng siloxan và/hoặc các chế phẩm và/hoặc các sản phẩm của quy trình theo sáng chế để hoàn thiện vải dệt.

Ưu tiên hơn là sử dụng siloxan và/hoặc các chế phẩm và/hoặc các sản phẩm của quy trình theo sáng chế trong các chế phẩm làm thay đổi cảm giác sờ tay ưa nước, đặc biệt là trong các chế phẩm làm mềm vải (chất làm mềm vải).

Tốt hơn nữa, siloxan, chế phẩm và/hoặc sản phẩm của quy trình theo sáng chế được sử dụng làm chất làm mềm vải

Ví dụ, chúng được sử dụng trong các chế phẩm làm mềm vải, đặc biệt là các chế phẩm làm mềm vải dạng nước. Chế phẩm nước xả vải thường được thêm vào chu trình giặt cuối cùng trong quá trình giặt đồ trong máy giặt để giúp đồ giặt cảm giác mềm mại hơn. Các chế phẩm làm mềm vải thuộc loại này chứa siloxan theo sáng chế với lượng từ 2% đến 20% khối lượng, tính trên thành phần chất làm mềm vải, được phân tán trong dung dịch nước.

Để sử dụng làm chất làm mềm vải, các siloxan theo sáng chế có tỷ lệ mol nguyên tử silic với nhóm amoni bậc bốn lớn hơn 25:1, tốt hơn nếu là từ 50:1 đến 200:1.

Silicon bậc bốn không chỉ được sử dụng để cải thiện cảm giác sờ tay trong quy trình dệt may mà còn được sử dụng như chất chống tĩnh điện với tác dụng giảm ma sát.

Tốt hơn nữa, siloxan, theo sáng chế, các chế phẩm theo sáng chế và các sản phẩm của quy trình theo sáng chế do đó được sử dụng làm chất khử tĩnh điện.

Tốt hơn nữa, siloxan theo sáng chế, chế phẩm theo sáng chế và các sản phẩm của quy trình theo sáng chế được sử dụng làm chất kết dính.

Vì vậy, chúng tốt hơn nếu có tác dụng giảm ma sát.

Các siloxan thích hợp để sử dụng làm chất chống tĩnh điện và/hoặc làm chất kết dính đặc biệt là những siloxan có trọng lượng phân tử thấp dựa trên số lượng nhóm amoni bậc bốn.

Tốt hơn nếu các siloxan theo sáng chế, để sử dụng làm chất chống tĩnh điện, do đó có ít hơn 50 nguyên tử silicon, đặc biệt là từ 15 đến 30 nguyên tử silicon.

Để sử dụng làm chất chống tĩnh điện hoặc sử dụng để xử lý bề mặt cứng, đặc biệt là trong lĩnh vực ô tô, siloxan theo sáng chế có tỷ lệ mol nguyên tử silic và nhóm amoni bậc bốn nhỏ hơn 25:1, tốt hơn nếu là từ 5:1 đến 25:1, đặc biệt là 10:1 đến 15:1.

Tốt hơn nữa nếu, siloxan, các chế phẩm và/hoặc sản phẩm của quy trình theo sáng chế được sử dụng làm các chế phẩm làm sạch và chăm sóc bề mặt cứng, tốt hơn nếu để làm sạch và chăm sóc xe có động cơ, đặc biệt là làm phụ gia hỗ trợ làm khô cho các cơ sở rửa xe.

Việc làm sạch và chăm sóc bề mặt cứng, đặc biệt là rửa xe có động cơ trong các cơ sở rửa xe, có thể được chia thành rửa trước và rửa chính. Ở đây có thể sử dụng các chế

phẩm khác nhau. Việc làm sạch loại bỏ các hạt đất trên bề mặt của xe. Việc làm sạch này được tiếp theo bởi hoạt động rửa trong đó các chất cặn bẩn trong quá trình làm sạch chế phẩm được loại bỏ. Bước này phục vụ cho việc chuẩn bị cho việc sử dụng chất làm khô có tác dụng hút nước xe trước khi thổi khô lần cuối, và do đó, lớp màng nước còn lại có thể được loại bỏ dễ dàng hơn. Thao tác rửa này có lợi vì các chất làm khô có đặc tính cation và nếu không, sau khi áp dụng các công thức làm sạch anion, có thể tạo thành các muối hòa tan rất kém dẫn đến tạo ra các vết trên xe và do đó không dẫn đến hiệu ứng bóng mong muốn cũng như không dẫn đến quá trình thủy hóa. Trong các ứng dụng mà hợp chất hoạt động bề mặt được yêu cầu vẫn còn trên vật liệu được xử lý, silicon bậc bốn theo sáng chế tạo thành các thành phần thiết yếu của các công thức này. Các silicon bậc bốn theo sáng chế đang được sử dụng rộng rãi trong các ứng dụng trong lĩnh vực làm mềm vải, hoàn thiện hàng dệt hoặc xả tóc, và cả trong các ứng dụng máy sấy trong các cơ sở rửa xe. Vì ngay cả sơn xe, giống như hầu hết các bề mặt, đều có điện thế bề mặt điện âm, các lớp silicon bậc bốn lan ra trên xe sau khi công thức chất làm khô được phun lên và thay thế màng nước hiện có. Lớp phủ silicon bậc bốn giúp nâng cao ấn tượng màu sắc và ấn tượng bóng của sơn và bảo vệ khỏi tác động của thời tiết.

Siloxan theo sáng chế và/hoặc chế phẩm theo sáng chế và/hoặc sản phẩm của quy trình theo sáng chế có nhiều ưu điểm hơn so với các silicon bậc bốn đã biết trong tình trạng kỹ thuật; đặc biệt hơn, chúng thể hiện: a) hiệu quả lớn hơn ở cùng nồng độ sử dụng; b) giảm tỷ lệ các hợp chất hữu cơ không mong muốn, đặc biệt là các hợp chất hữu cơ có khối lượng phân tử thấp, và do đó giảm đáng kể nguy cơ tiềm ẩn tác dụng miễn cảm da hoặc gây hại cho các thủy vực khi đưa vào nước bề mặt có liên quan đến các hợp chất này; c) khả năng xử lý tốt hơn và độ nhớt thấp hơn với cùng một lượng thành phần hoạt chất và đồng thời sử dụng ít dung môi hoặc chất nhũ hóa hơn; d) thời hạn sử dụng lâu hơn; e) xu hướng thâm nhập thấp hơn của chất hoàn thiện; f) khả năng thở không thay đổi của hàng dệt được hoàn thiện từ đó; g) mức độ ảnh hưởng cao của hàng dệt đã hoàn thành ngay cả sau nhiều lần giặt; h) cải thiện các đặc tính xúc giác và sự thoải mái khi mặc dễ chịu hơn của hàng dệt được hoàn thiện từ đó; và/hoặc i) độ ổn định bảo quản tốt, nghĩa là độ nhớt ổn định trong quá trình bảo quản và giảm thiểu sự hình thành mới của siloxan tuần hoàn; và/hoặc j) cải thiện độ ổn định pH lên đến độ pH 11.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các phương pháp chung

Phương pháp quang phổ cộng hưởng spin hạt nhân (quang phổ NMR)

Siloxan có thể được xác định đặc điểm bằng phương pháp quang phổ ^1H NMR và ^{29}Si NMR. Các phương pháp này, đặc biệt là có tính đến tính đa dạng của các liên hợp, là quen thuộc đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Mức độ biến đổi của các nhóm epoxy (biến đổi epoxy) có thể được xác định bằng phương pháp quang phổ ^1H NMR.

Phương pháp sắc ký thẩm gel (GPC):

Phép đo GPC để xác định tính đa phân tán và khối lượng mol trung bình trọng lượng Mw được tiến hành trong các điều kiện đo sau: Tổ hợp cột SDV 1000/10 000 Å (dài 55 cm), nhiệt độ 35°C, pha động là THF, tốc độ chảy 0,35 mL/phút, nồng độ mẫu 10g/L, bộ phận phát hiện RI, đánh giá polyme theo chất chuẩn polystyren (162-2520000g/mol).

Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC):

Để xác định nồng độ của amin amit (Tegoamid® S18, Tegoamid® D5040, Tegoamid® PKFC), HPLC đảo pha được tiến hành với điều kiện gradien. Cột RP-C18 (Inertsil ODS-3, GL Science) được dùng làm pha tĩnh. Axetonitril và dung dịch axit sulfuric loãng được dùng làm hệ rửa giải dung môi hai thành phần. Bước phát hiện được thực hiện bằng bộ phận phát hiện UV ở bước sóng 210nm. Chất chuẩn ngoại được sử dụng để hiệu chuẩn là amin amit cụ thể mà được sử dụng trong quá trình tổng hợp siloxan/silicon tương ứng. Hàm lượng còn lại được tính theo phần trăm khối lượng trên cơ sở thành phần tương ứng.

Phương pháp sắc ký khí:

Tỷ lệ phần trăm khối lượng của siloxan mạch vòng, đặc biệt là của octametylcyclotetrasiloxan (D4) và decametylcyclopentasiloxan (D5), có thể được xác định bằng phương pháp sắc ký khí (phương pháp GC) trong đó các chất được tách theo điểm sôi của chúng và được phát hiện bằng bộ phận phát hiện độ dẫn nhiệt. Điều này được thực hiện bằng cách phân tích một phần nhỏ của mẫu cần được thử nghiệm mà không cần pha loãng thêm bằng phương pháp GC. Việc này được tiến hành trong thiết bị

sắc khí được trang bị vòi phun có chia/không chia, cột mao dẫn và bộ phận phát hiện độ dẫn nhiệt, trong các điều kiện sau:

Vòi phun: 290°C, có chia 40mL

Thể tích tiêm: 1µL

Cột: 5 m * 0,32 mm HP5 1µm

Khí mang: heli, dòng không đổi, 2 mL/phút

Chế độ nhiệt: 1 phút ở nhiệt độ 80°C, sau đó 80°C-300°C ở nhiệt độ 30°C/phút, sau đó điều hòa ở nhiệt độ 300°C trong 10 phút.

Bộ phận phát hiện: TCD ở nhiệt độ 320°C

Khí bổ sung 6 mL/phút

Khí tham chiếu 18 mL/phút

Siloxan mạch vòng được tách theo điểm sôi của chúng. Tỷ lệ phần trăm khối lượng của các chất riêng lẻ được xác định là tỷ lệ phần trăm của các diện tích pic được xác định đối với chất tương ứng khi so với tổng diện tích của tất cả các chất được phát hiện (phương pháp % diện tích).

Độ nhớt:

Độ nhớt được đo bằng lưu biến kế Brookfield R/S-CPS bằng cách sử dụng tấm đo RP75 ở nhiệt độ 25°C. Phương pháp thử nghiệm này đã được mô tả trong DIN 53019 (DIN 53019-1:2008-09, DIN 53019-2:2001-02 và DIN 53019-3:2008-09).

Phương pháp tổng hợp chung:

Siloxan bậc bốn (trong bản mô tả còn được gọi là hoạt chất hoặc silicon bậc bốn) được điều chế theo phương pháp đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, như đã được mô tả trong các giải pháp kỹ thuật đã biết, ví dụ trong các công bố đơn DE 102010000993 A1 và DE 3802622 A1. Phương pháp điều chế được thực hiện trong ba giai đoạn. Ở giai đoạn thứ nhất, siloxan có nhóm chức SiH được điều chế. Ở giai đoạn thứ hai, siloxan có nhóm chức SiH đã được điều chế được dùng để điều chế siloxan có nhóm chức epoxy bằng phản ứng hydrosil hoá. Ở giai đoạn thứ ba, siloxan có nhóm chức epoxy thu được được cho phản ứng với bậc ba amin trong điều kiện xúc tác axit như sau:

Giai đoạn thứ nhất - điều chế siloxan có nhóm chức SiH:

Siloxan mạch thẳng có nhóm SiH ở cuối mạch:

Bình cầu ba cổ dung tích 500 đã được làm trơ có trang bị máy khuấy thuỷ tinh chính xác, thiết bị ngưng tụ hồi lưu và nhiệt kế trong ban đầu được nạp decametylxcyclopentasiloxan (D5) và α,ω -dihdropolydimetylsiloxan (α,ω -dihydro-PDMS) có trị số SiH là 2,97mmol/g với các lượng tương ứng (xem bảng 1), và 0,25 g triflometanaxit sulfonic được bổ sung vào trong khi khuấy. Sau khi khuấy ở nhiệt độ 40°C trong thời gian 6 giờ, 5 g natri hydrocarbonat được bổ sung vào và hỗn hợp này được khuấy trong thời gian 2 giờ. Sau khi lọc, thu được các sản phẩm không màu dạng lỏng trong suốt.

Khối lượng ban đầu và các chi tiết khác về phương pháp điều chế siloxan có nhóm chức SiH có thể thấy được trong bảng 1.

Bảng 1: Khối lượng ban đầu và các chi tiết khác về quá trình điều chế siloxan có nhóm chức SiH có công thức (V)

SiH siloxan	a5	b1	R ¹	α,ω -dihydro-PDMS	D5
SH1	2	48	metyl	45,5 g	204,5 g
SH2	2	78	metyl	28,5 g	221,5 g
SH4	2	18	metyl	114,6 g	135,4 g
SH5	2	28	metyl	76,2 g	173,8 g

Siloxan có nhóm chức SiH mạch nhánh (SH3):

Phương pháp điều chế được thực hiện như được mô tả trong tài liệu EP 2176319 B1.

44,2g (0,248mol) metyltriethoxysilan, 125,3g α,ω -dihdropolydimetylsiloxan có hàm lượng hydro 2,97mmol SiH/g và 1352,5g decametylxcyclopentasiloxan ban đầu được nạp vào bình cầu bốn cổ được trang bị máy khuấy thuỷ tinh chính xác, nhiệt kế trong, phễu nhỏ giọt và hệ thống chưng cất trong khi khuấy ở nhiệt độ phòng, 1,5g triflometanaxit sulfonic được bổ sung vào và hỗn hợp này được khuấy trong thời gian 30 phút. Hỗn hợp chứa 13,4g nước đã được khử ion và 20mL metanol được bổ sung từng giọt vào trong khi khuấy thêm 30 phút nữa, và hỗn hợp này được khuấy thêm 30 phút nữa. Hỗn hợp phản ứng này được gia nhiệt đến nhiệt độ 40°C trong thời gian 1 giờ và sau đó được chưng cất trong chân không có bơm phun nước với áp suất khoảng 50 mba (5000 MPa) ở nhiệt độ 40°C trong 1 giờ. Sau khi trung hoà bằng 30,4 g natri

hydrocarbonat và lọc, 152 g Lewatit® K 2621, nhựa trao đổi cation axit sulfonic đã được làm khô sơ bộ, được bổ sung vào, và hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ 40°C trong thời gian 4 giờ và được lọc. Thu được chất lỏng không màu trong suốt.

Giai đoạn thứ hai - điều chế siloxan có nhóm chức epoxy:

Bình cầu ba cổ dung tích 500 đã được làm trơ có trang bị máy khuấy thủy tinh chính xác, nhiệt kế trong và thiết bị ngưng tụ hồi lưu ban đầu được nạp SiH siloxan và alyl glycidyl ete (AGE) với các lượng tương ứng (xem bảng 2) và được gia nhiệt đến nhiệt độ 70°C trong khi khuấy. 0,13g chất xúc tác Karstedt (0,1% Pt) được bổ sung vào bằng bơm tiêm và hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ 80°C trong 2 giờ nữa, nếu cần với việc làm lạnh ngược dòng đối với mức độ tỏa nhiệt ban đầu.

Sau khi chưng cất ở nhiệt độ 120°C và áp suất 1 mba (100MPa) trong thời gian 3 giờ, thu được sản phẩm dạng lỏng màu be nhạt trong suốt có độ nhớt 135 mPa*s. Phản ứng hydrosil hoá này đã làm biến đổi hoàn toàn đối với hàm lượng hydro trong siloxan có nhóm chức SiH. Trong phạm vi của sáng chế, biến đổi hoàn toàn được hiểu là hơn 99% các nhóm chức SiH được biến đổi. Bước phát hiện được thực hiện theo phương pháp đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này bằng phương tiện đo thể tích khí sau khi phân hủy bằng kiềm.

Khối lượng ban đầu và các chi tiết khác về quá trình điều chế siloxan có nhóm chức epoxy có thể thấy được trong bảng 2.

Bảng 2: Khối lượng ban đầu và các chi tiết khác về quá trình điều chế siloxan có nhóm chức epoxy có công thức (VI)

Epoxysiloxan	a5	b1	c1	R ¹	SiH siloxan	AGE
SE1	2	48	0	metyl	231,4g SH1	18,6 g
SE2	2	78	0	metyl	238,1g SH2	11,9 g
SE3	6	316	4	metyl	241,1g SH3	8,9 g
SE4	2	18	0	metyl	208,0g SH4	42,0 g
SE5	2	28	0	metyl	220,4g SH5	29,6 g

Giai đoạn thứ ba - điều chế silicon bậc bốn:

Bình cầu ba cổ dung tích 500mL đã được làm trơ có trang bị máy khuấy thủy tinh chính xác, phễu nhỏ giọt, nhiệt kế trong và thiết bị ngưng tụ hồi lưu ban đầu được nạp amin amit, alkanolamin và dung môi với các lượng tương ứng (xem bảng 3), lượng tương ứng của axit cacboxylic được định lượng và hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ phòng

trong 1 giờ. Sau đó, siloxan có nhóm chức epoxy tương ứng được bổ sung từng giọt vào, và hỗn hợp này được gia nhiệt đến nhiệt độ 80°C và được khuấy trong thời gian từ 12 đến 16 giờ đến khi đạt được mức độ biến đổi các nhóm epoxy (còn được gọi là biến đổi epoxy) ít nhất là 90%. Mức độ biến đổi của các nhóm epoxy được xác định bằng phương pháp quang phổ NMR. Tùy ý, dung môi được loại ra bằng cách chưng cất và được trao đổi bằng cách sau đó trộn với dung môi khác, tức là bằng cách pha loãng cần chưng cất thu được với dung môi khác.

Các nguyên liệu thô sau được sử dụng để điều chế silicon bậc bốn:

Amit1 = 3-N,N-dimethylaminopropylcocoamid, Tegoamid® D 5040, Evonik

Amit2 = 3-N,N-dimethylaminopropylstearamid, Tegoamid® S 18, Evonik

Amit3 = 3-N,N-dimethylaminopropylpalmitamid, Tegoamid® PKFC, Evonik

MDEA = N-metylđietanolamin, 99%, Sigma-Aldrich

MDIPA = N-metylđiisopropanolamin, BASF

TEA = trietanolamin, 99%, Sigma-Aldrich

DMAE = dimethylglyxin (dimethylaminoaxit axetic), > 98%, Alfa-Aesar

HOAc = axit axetic, p. A., Baker

INA = axit isononanoic, 97%, Alfa-Aesar

IPA = isopropanol, > 99,9%, Sasol

tBuOH = tert-butanol, ACS, Reag. Ph Eur, Merck

DPG = dipropylen glycol, >= 99%, Lyondell

PG = 1,2-propylen glycol, >= 99%, Lyondell

DMM = dipropylen glycol dimetyl ete, > 94%, TCI Europe N.

Trong bản mô tả, amit1 được điều chế bằng cách cho dầu dừa đã được hydro hóa phản ứng với 3-aminopropyldimetylamin (DMAPA). Phản ứng này dẫn đến mức độ phân bố theo chiều dài mạch của gốc axit béo của amin amit từ C8 đến C18 với mức lớn nhất ở C12.

Các hợp chất siloxan có nhóm chức epoxy sau được sử dụng để điều chế silicon bậc bốn:

Bảng 3: Siloxan có nhóm chức epoxy có công thức (VI)

Số thứ tự	a1	a5	b1	b5	c1	c4	d	R ¹	R ¹²
SE1	0	2	48	0	0	0	0	metyl	$\zeta-(\text{CH}_2)_3-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}(\text{H})(\text{OCH}_2)_2$
SE2	0	2	78	0	0	0	0	metyl	$\zeta-(\text{CH}_2)_3-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}(\text{H})(\text{OCH}_2)_2$
SE3	0	6	316	0	4	0	0	metyl	$\zeta-(\text{CH}_2)_3-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}(\text{H})(\text{OCH}_2)_2$
SE4	0	2	18	0	0	0	0	metyl	$\zeta-(\text{CH}_2)_3-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}(\text{H})(\text{OCH}_2)_2$
SE5	0	2	28	0	0	0	0	metyl	$\zeta-(\text{CH}_2)_3-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}(\text{H})(\text{OCH}_2)_2$

Khối lượng ban đầu và các chi tiết khác về phương pháp điều chế siloxan theo sáng chế có công thức (I) có thể thấy được trong các bảng 4 và 5.

Bảng 4 - Phần 1: Khối lượng ban đầu và các chi tiết khác về phương pháp điều chế siloxan theo sáng chế có công thức (I) (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

	I1	I2	I3	I4	I5	I6	I7
SE1	860,2g						
SE2		472,1g	393,4g	262,3g	262,3g	217,0g	
SE3							297,7g
SE4							
Amit1	109,1g	39,3g		21,8g	21,8g		17,5g
Amit2			39,6g			21,0g	
Amit3							
MDEA	17,9g	6,4g	5,36g	3,6g	3,6g	2,9g	2,9g
MDIPA							
DMAE							
HOAc	30,9g	11,1g	9,3g	6,2g		4,9g	4,9g
INA					16,3g		
IPA	254,5g	132,2g	110,2g		76g		57,0g
DPG				73,5g			
tBuOH							
DMM						13,0g	
Chung cất	có	có	có	không	có	không	có
Trộn	có	có	có	không	có	có	không
Lượng hoạt chất ¹⁾	95%	80%	97,5%	80%	97,5%	80%	100%
Dung môi	5% PG	20% DPG	2,5% PG	20% DPG	2,5% PG	15% DPG 5% DMM	
Mức độ biến đổi epoxy	99%	97%	99%	97%	98%	87%	96%
Độ nhớt, 25°C, mPa*s	3960	1605	7414	1102	4731	851	không xác định
Hàm lượng amin amit còn lại	0,4%	0,17%	0,35%	0,6%	0,4%		0,3%

Bảng 4 - Phần 2: Khối lượng ban đầu và các chi tiết khác về phương pháp điều chế siloxan theo sáng chế có công thức (I) (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

	I8	I9	I10	I11	I12	I13	I14
SE1							
SE2	189,8g	419,7g	419,7g	288,5g	472,1g	239,9g	
SE3							
SE4							472,9g
Amit1	15,3g	39,9g	39,9g	24,0g			
Amit2						23,7g	157,8g
Amit3					41,1g		
MDEA	2,5g	3,8g	3,8g		6,4g		21,9g
MDIPA						4,0g	
DMAE				3,4g			
HOAc	4,3g	9,9g	9,9g	4,8g	11,1g	5,6g	37,4g
INA							
IPA	53g	118g			132,7g	68,3g	121,8g
DPG						67,9g	
tBuOH			118g	80,2g			
DMM							
Chung cất	có	có	có	có	có	có	có
Trộn	có	có	có	có	có	có	có
Lượng hoạt chất ¹⁾	97,5%	97,5%	97,5%	97,5%	97,5%	80%	50%
Dung môi	2,5% PG	2,5% PG	2,5% PG	2,5% PG	2,5% PG	20% DPG	50% PG
Mức độ biến đổi epoxy	99%	98%	96%	98%	99%	96%	100%
Độ nhớt, 25°C, mPa*s	8746	9104	8546	khoảng 20000	7544	1217	
Hàm lượng amin amit còn lại	0,2%	0,6%	0,7%	0,8%	0,3%	0,1%	0,8%

Bảng 4 - Phần 3: Khối lượng ban đầu và các chi tiết khác về phương pháp điều chế siloxan theo sáng chế có công thức (I) (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

	I15	I16
SE5	217,7g	217,7g
Amit1	43,6g	
Amit2		52,6g
MDEA	7,2g	7,2g
HOAc	12,4g	12,4g
IPA	70,2g	72,5g
Chung cất	có	có
Trộn	có	có
Lượng hoạt chất ¹⁾	50%	50%
Dung môi	50% PG	50% PG
Mức độ biến đổi epoxy	100%	98%
Độ nhớt, 25°C, mPa*s	705	616
Hàm lượng amin amit còn lại	0,6%	0,6%

Bảng 5: Khối lượng ban đầu và các chi tiết khác về phương pháp điều chế hợp chất có công thức siloxan không theo sáng chế (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

	V1	V2	V3	V4
--	----	----	----	----

SE1			860,2g	
SE2	271,2g	314,6g		472,1g
SE3				
Amit1			156g	56,1g
Amit2				
MDEA		14,3g		
TEA	14,9g			
HOAc	6,2g	7,4g	30,9g	11,1g
INA				
IPA	73,0g		254,5g	132,2g
tBuOH		84,1g		
Chung cất	có	có	có	có
Trộn	không	có	có	có
Lượng hoạt chất ¹⁾		97,5%	95%	97,5%
Dung môi		2,5% PG	5% PG	2,5% PG
Mức độ biến đổi epoxy	0% hai pha	92,3%	98%	97%
Độ nhớt, 25°C, mPa*s	-	8429	4631	9114
Hàm lượng amin amit còn lại	-	-	1,8%	1,4%

¹⁾ Lượng hoạt chất = tỷ lệ phần trăm khối lượng giữa siloxan (các hoạt chất) và tổng khối lượng các thành phần

Trong việc tổng hợp các chế phẩm trong các ví dụ theo sáng chế I1 đến I14, các hỗn hợp chứa dialkanolamin và amin amit được sử dụng. Trái lại, trong trường hợp các ví dụ so sánh V1 và V2, không sử dụng amin amit mà chỉ sử dụng alkanolamin, cụ thể là trialkanolamin trong V1 và dialkanolamin trong V2. Trong việc tổng hợp các chế phẩm trong các ví dụ so sánh V3 và V4, thì một lần nữa chỉ sử dụng amin amit và không sử dụng alkanolamin. Chế phẩm siloxan không theo sáng chế V3 và V4 có hàm lượng còn lại của amin amit cao hơn chế phẩm siloxan theo sáng chế I1 đến I14. Trong trường hợp V1, quan sát thấy có sự tách pha; không thể phát hiện thấy có phản ứng nào của siloxan có nhóm chức epoxy với alkanolamin. Trái lại, trong trường hợp V2, quan sát thấy có sự biến đổi epoxy, và vì vậy có phản ứng xảy ra ở đó. Do amin amit không được sử dụng trong cả V1 lẫn V2, nên không cần phải nêu hàm lượng còn lại.

Hỗn hợp không theo sáng chế chứa 70 phần V4 với 30 phần V2 được điều chế bằng cách khuấy bằng thanh khuấy từ ở nhiệt độ phòng trong chai mẫu và được phân tích HPLC. Phân tích này cho biết hàm lượng amin amit dư là 0,8%, so với lý thuyết 0,9%. Sản phẩm theo sáng chế I5 mà được điều chế bằng cách cho cùng tiền chất SE2 này phản ứng với hỗn hợp chứa 0,7 mol đương lượng Amit1 và 0,3 mol đương lượng MDEA trên cơ sở 1 mol đương lượng các nhóm epoxy có hàm lượng amin amit dư đo được bằng phương pháp HPLC là 0,4%. Hàm lượng dung môi trong hỗn hợp chứa V4 và V2 và trong trường hợp I5 tương ứng với 2,5% PG trong tất cả các trường hợp. So sánh này cho thấy rằng phương pháp điều chế theo sáng chế hợp chất silicon bậc bốn có các tính năng

kết hợp mới và các chế phẩm của chúng đạt được hàm lượng amin amit dư thấp hơn một cách đáng kể so với mức có thể đạt được khi so sánh thông qua việc phối trộn rõ ràng.

Thử nghiệm về độ ổn định khi bảo quản trên silicon bậc bốn:

Hai chai mẫu có nắp vặn dung tích 100ml, trong mỗi trường hợp mỗi chai được nạp silicon bậc bốn I5, I6 và I7 với lượng chiếm một nửa chai. Một chai mẫu được bảo quản kín ở nhiệt độ phòng (RT) và chai mẫu thứ hai tương ứng được bảo quản kín trong tủ sấy phòng thí nghiệm thông thường từ Buồng ở nhiệt độ 50°C. Sau thời gian bảo quản xác định, độ nhớt của mẫu được xác định ở nhiệt độ 25°C và/hoặc hàm lượng siloxan mạch vòng được kiểm tra bằng cách phân tích GC. Để có khả năng so sánh và khả năng đo lường tốt hơn, 100% silicon bậc bốn I7, mà có độ nhớt cao, được trộn với 20% DPG để đạt được hàm lượng hoạt tính là 80%. Các kết quả của các thử nghiệm về độ ổn định khi bảo quản được tóm tắt trong bảng 6.

Bảng 6: Kết quả của các thử nghiệm về độ ổn định khi bảo quản đối với silicon bậc bốn (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

Mẫu	Thời gian bảo quản	Nhiệt độ bảo quản	Độ nhớt ở nhiệt độ 25°C [mPa*s]	Hàm lượng D4 [% trọng lượng.]
I5	0 tuần	Nhiệt độ phòng	4731	0,02
I5	4 tuần	Nhiệt độ phòng	không xác định	0,02
I5	12 tuần	Nhiệt độ phòng	không xác định	0,03
I5	4 tuần	50°C	không xác định	0,06
I6	0 tuần	Nhiệt độ phòng	851	0,08
I6	4 tuần	Nhiệt độ phòng	1031	0,08
I6	12 tuần	Nhiệt độ phòng	1093	0,08
I7-80%	0 tuần	Nhiệt độ phòng	6396	0,09
I7-80%	4 tuần	Nhiệt độ phòng	5330	0,09
I7-80%	8 tuần	Nhiệt độ phòng	6001	0,09
I7-80%	12 tuần	Nhiệt độ phòng	6888	0,09

Các thử nghiệm bảo quản đã cho thấy không có sự thay đổi đáng kể về độ nhớt và silicon bậc bốn vẫn có thể được đo một cách có hiệu quả ngay cả sau thời gian bảo quản kéo dài. Ngoài ra, các thử nghiệm bảo quản đã cho thấy có sự tạo siloxan mạch vòng mới trong thời gian bảo quản được giảm đến mức tối thiểu, bởi vì đã phát hiện thấy mức tăng D4 là $\leq 0,05\%$ trọng lượng. Mẫu 5, mà được chưng cất đặc biệt kỹ, cho thấy rằng tỷ lệ D4 là $< 0,1\%$ trọng lượng trong thời gian bảo quản kéo dài. Hàm lượng D4 trong mẫu tương ứng phụ thuộc vào chất lượng chưng cất trong quá trình điều chế và không phụ thuộc vào thời gian bảo quản.

Các ví dụ ứng dụng:

Các chất được sử dụng:

Bảng 7: Chất nhũ hoá

Chất nhũ hoá	Tên thương mại
C12-15 Pareth-7/9/12	Tomadol® 25-7, Evonik Tomadol® 25-9, Evonik Tomadol® 25-12, Evonik
Isotridecanol - 6/8/12	Lutensol® TO 6, BASF Lutensol® TO 8, BASF Marlipal® O13/120, BASF
Laureth- 6/12	Lutensol® AO 6, BASF Marlipal 24/120, Sasol
Sorbitan sesquioctanoat	TEGO® SQS 25, Evonik
Metylđiisopropanolamin este quat	REWOQUAT® CR 3099, Evonik

Bảng 8: Chất bổ trợ

Các hợp chất silicon tiếp theo	Tên thương mại
Copolymesilicon được cải biến bằng alkyl/polyete	TEGOPREN® 7008, Evonik TEGOPREN® 7009, Evonik

Vải:

Hàng dệt: vải bông (trọng lượng cơ bản 205g/m², độ dày: 400µm); vải pha polyeste (65% trọng lượng polyeste và 35% trọng lượng bông, trọng lượng cơ bản 170g/m², độ dày: 200µm); vải polyamit (nylon-6,6, trọng lượng cơ bản 65g/m², độ dày: 50µm); tất cả mẫu đều do WFK-Testgewebe GmbH (Christenfeld 10 41379 Brüggen) cung cấp.

Tạo chế phẩm và xử lý hoàn thiện:

Sản xuất nhũ tương:

Chế phẩm siloxan tổng hợp được chọn từ I1 đến I14 (trên cơ sở các hỗn hợp chứa alkanolamin và amin amit), V2 (trên cơ sở alkanolamin), V4 (trên cơ sở amin amit) và V5 (Magnasoft® DerMa NT là sản phẩm thương mại tương đương) ban đầu được nạp và, nếu cần, được pha loãng thêm bằng cách bổ sung glycol để thu được hàm lượng hoạt tính mong muốn, tức là tỷ lệ phần trăm khối lượng mong muốn của hoạt chất (siloxan). Điều này được thấy là có lợi do đã đạt được kết quả đặc biệt tốt khi các hoạt chất được biến đổi tiếp từ dung môi, đặc biệt là khi chúng được sử dụng dưới dạng hỗn hợp với các dung môi có hàm lượng hoạt tính là 80%. Sau đó, các hỗn hợp RE1 đến RE10 thu được như vậy, ban đầu được nạp và chất nhũ hoá và chất bổ trợ và/hoặc glycol bất kỳ tiếp theo được bổ sung vào. Sau đó nước được bổ sung từ từ trong khi khuấy liên tục bằng máy

khuấy kiểu chân vịt. Độ pH được điều chỉnh đến khoảng 4 bằng cách bổ sung axit axetic sau đó. Việc khuấy được tiếp tục đến khi hỗn hợp trở nên đồng nhất. Bằng cách này, thu được nhũ tương I1 đến I26 và C1 đến C5.

Phương pháp nhuộm ngấm ép (model: HVF, Mathis AG):

Để thử nghiệm các nhũ tương tương ứng, phần nhỏ mà chứa 8g/L nhũ tương thích hợp trong mỗi trường hợp được đưa lên vải nêu trên, mà được vắt để đạt được mức ngấm ướt khoảng 70% đến 80% trọng lượng và được làm khô. Các giá trị này được sử dụng đối với áp suất và tốc độ có thể thấy được trong bảng 9. Việc nhuộm ngấm ép được thực hiện ở nhiệt độ phòng.

Bảng 9: Áp suất và tốc độ cuộn được sử dụng trong phương pháp nhuộm ngấm ép.

Danh mục	Áp suất [ba]	Tốc độ [m/ph]
Vải bông	2,4-5,8	2
Vải pha polyeste	1,0 - 1,2	2
Vải polyamit	1,0	1 - 2

Quy trình xả bắt đầu từ các chế phẩm chứa dung môi:

Để thử nghiệm các hoạt chất, trong mỗi trường hợp, các loại vải nêu trên được xử lý hoàn thiện bằng phần nhỏ mà chứa 20g/L hoạt chất thích hợp. Tỷ lệ phần nhỏ (vải/phần nhỏ) 1:15 được chọn. Các dung môi được sử dụng là nước, butyl axetat và etyl axetat. Vải thử nghiệm được xử lý trong phần nhỏ này với việc khuấy liên tục trên máy lắc ngang (model: 3006, nhà sản xuất: GFL) trong thời gian 30 phút. Sau 30 phút, vải thử nghiệm được lấy ra khỏi bể, vắt nhẹ, lắc và làm khô. Mẫu trắng được xử lý trong cùng một điều kiện chỉ bằng nước mềm.

Phương pháp làm khô (Thiết bị sấy phòng thí nghiệm LTE, Mathis AG, tốc độ quạt thông gió 2000 vòng/phút):

Vải được làm khô ở nhiệt độ 105°C (cộng với thời gian ủ, tức là thời gian làm nóng vải dệt) trong thời gian 2 phút và sau đó được cô ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 160°C đến 180°C (mà không có thời gian ủ) trong thời gian từ 0,5 phút đến 1 phút để cố định chất xử lý hoàn thiện. Các điều kiện chính xác được tóm tắt trong bảng 10.

Bảng 10: Các điều kiện đối với quá trình làm khô

	Làm khô		Cố định	
	[°C]	[phút]	[°C]	[phút]
Vải bông (nhuộm tận trích)	105	2,0	160	1,0
Vải pha polyeste (nhuộm tận trích)	105	2,0	180	0,5

Vải polyamit (nhuộm tận trích)	105	2,0	180	0,5
Vải bông (nhuộm ngấm ép)	105	2,0	150	3,0
Vải pha polyeste (nhuộm ngấm ép)	105	2,0	150	3,0
Vải polyamit (nhuộm ngấm ép)	105	2,0	150	3,0

Thử nghiệm hoàn thiện:

Sờ tay:

Sờ tay là thông số về chất lượng cơ bản của vải. Nó có thể được mô tả bằng, ví dụ, độ mịn, mức độ nén và độ cứng. Thông thường, sờ tay được xác định bằng cách đánh giá chủ quan thông qua việc kiểm tra thủ công. Ngoài ra, còn có các dụng cụ đo nhằm mục đích xác định thông số này một cách khách quan.

Đánh giá sờ tay (thử nghiệm sờ tay) qua các dụng cụ đo (trị số TSA/cảm giác sờ tay):

Một mảnh vải dệt mà đã được cắt theo kích thước, sau khi điều hòa trước (4 giờ) ở nhiệt độ 25°C và 50% độ ẩm không khí tương đối, được đưa và được kẹp vào thiết bị phân tích TSA (Tissue Soft Analyzer, do Emtec Electronic GmbH cung cấp). Sau đó, dụng cụ thử nghiệm này xác định từng trị số về độ mềm, độ mịn và độ cứng của vải dệt và sử dụng các trị số này để xác định cảm tưởng tổng thể, cảm giác sờ tay (HF). Trị số TSA (trị số HF) được xác định bằng thuật toán được thiết kế cụ thể cho hàng dệt bởi EMTEC. Trị số HF càng cao có nghĩa là độ mềm càng cao. Các đánh giá được thực hiện so với phương pháp xử lý tương tự mà không có hoạt chất

Đánh giá sờ tay (thử nghiệm sờ tay) bằng tay (thử nghiệm tấm):

Để đánh giá sờ tay, một nhóm 10 chuyên gia giàu kinh nghiệm được lập, những người này đã đánh giá các mẫu sờ tay ẩn danh, các loại vải nêu trên mà đã được xử lý hoàn thiện bằng nhũ tương, với sự trợ giúp của thử nghiệm tấm sờ tay trên thang điểm từ 1 đến 5, với ký hiệu 1 có nghĩa là sờ tay cho cảm giác rất kém và ký hiệu 5 sờ tay cho cảm giác rất tốt. Kết quả của thử nghiệm tấm được báo cáo là trung bình ở tất cả các đánh giá. Đối với các mẫu sờ tay được làm bằng vải dệt kim, mẫu không được xử lý được đánh dấu một cách kín đáo cũng được bao gồm.

Đặc tính chống tĩnh điện:

Đặc tính chống tĩnh điện được xác định theo tiêu chuẩn DIN 54345 T.1 (điện cực vòng) với điện áp đo 100 V (Dụng cụ Tera-Ohm-Meter 6206). Việc xử lý hoàn thiện

bằng chất chống tĩnh điện làm giảm điện trở trên vải dệt. Việc giảm về điện trở là phép đo hiệu quả chống tĩnh điện.

Đặc tính chống tĩnh điện được xác định bằng cách sử dụng các dụng cụ và vải sau:

- Vải thử nghiệm tiêu chuẩn: polyeste (100%, loại 30 A từ wfk/Krefeld)
- Máy giặt để xử lý sơ bộ và nhuộm ngấm ép để hoàn thiện vải
- Phòng kiểm soát môi trường ($23 \pm 1^\circ\text{C}$, độ ẩm tương đối 50-60%)
- Tera-Ohm-Meter 6206 (từ Eltex)
- Điện cực thử nghiệm 6216 (từ Eltex) theo DIN 54345 T.1

Trước khi đo, vải đã được xử lý hoàn thiện được bảo quản trong phòng kiểm soát môi trường trong thời gian một ngày để đảm bảo độ ẩm được cân bằng. Các miếng vải có kích thước 10 x 15 cm được đặt trên bề mặt phẳng và điện cực vòng được đặt trên đó. Điện trở của vải sau các lần xử lý hoàn thiện khác nhau được đo.

Các kết quả ứng dụng:

Các sản phẩm tổng hợp I3 đến I12 và V2 và V4, và cả sản phẩm so sánh V5 mà thông dụng trên thị trường, nếu hàm lượng hoạt tính không phải là 80% trọng lượng tính theo chế phẩm, được đưa về hàm lượng hoạt tính đồng nhất 80% bằng cách bổ sung butyldiglycol (BDG). Các hỗn hợp RE1 đến RE10 thu được như vậy được tóm tắt trong bảng 8. Các hỗn hợp này được sử dụng như đã được mô tả trên đây để tạo ra các nhũ tương I1 đến I26 và C1 đến C12. Các thành phần của nhũ tương và các tính chất của chúng được tóm tắt trong các bảng sau đây.

Bảng 11: Các hỗn hợp sơ cấp để thử nghiệm tính năng so sánh

	RE8	RE1	RE2	RE4	RE5	RE6	RE7	RE3	RE9	RE10
Siloxan	I3	I4	I8	I9	I10	I11	I12	V2	V4	V5
Dung môi bổ sung	BDG	-	BDG	BDG	BDG	BDG	BDG	BDG	BDG	BDG

Bảng 12: Nhũ tương theo sáng chế và các tính chất của chúng (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

%	I1	I2	I3	I4	I5
RE8	18,2	23,8	32,5	25	25
TEGOPREN® 7008	5,6	-	-	-	-
TOMADOL® 25-7	7,7	-	-	-	1,7
TOMADOL® 25-9	-	2,5	-	1,5	-
TOMADOL® 25-12	-	-	-	-	3,4
TEGO® SQS 25	-	2,5	5,5	-	-
REWOQUAT® CR 3099	-	-	5,7	-	-

Butyldiglycol	8,6	-	-	10,0	-
Dipropylen glycol	-	5,0	15,0	-	-
Nước	60,1	66,2	41,4	63,2	69,6
Axit axetic	0,3	-	-	0,3	0,3
Hình dạng bề ngoài	dung dịch trong	màu trắng sữa	dung dịch trong	dung dịch trong	đục
Nhũ tương loại	vi nhũ tương	nhũ tương hạt to	vi nhũ tương	vi nhũ tương	vi nhũ tương
Đặc tính	kết khối	kết khối	độc lập	Hiệu quả về chi phí	Giảm dung môi
Thử nghiệm sờ tay (Trị số TSA)	39,2	38,8	38,4	37,6	37,2

Bảng 13: Nhũ tương không theo sáng chế và các tính chất của chúng (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

%	C1	C2	C3	C4	C5
RE9	18,2	23,8	32,5	25	25
TEGOPREN® 7008	5,6	-	-	-	-
TOMADOL® 25-7	7,7	-	-	-	1,7
TOMADOL® 25-9	-	2,5	-	1,5	-
TOMADOL® 25-12	-	-	-	-	3,4
TEGO® SQS 25	-	2,5	5,5	-	-
REWOQUAT® CR 3099	-	-	5,7	-	-
Butyldiglycol	8,6	-	-	10,0	-
Dipropylen glycol	-	5,0	15,0	-	-
Nước	60,1	66,2	41,4	63,2	69,6
Axit axetic	0,3	-	-	0,3	0,3
Hình dạng bề ngoài	dung dịch trong	màu trắng sữa	dung dịch trong	dung dịch trong	đục
Nhũ tương loại	vi nhũ tương	nhũ tương hạt to	vi nhũ tương	vi nhũ tương	vi nhũ tương
Đặc tính	kết khối	kết khối	độc lập	hiệu quả về chi phí	giảm dung môi
Thử nghiệm sờ tay (Trị số TSA)	37,4	37,0	37,3	36,5	36,3

Nhũ tương theo sáng chế I1 đến I5 được thể hiện trong Bảng 12 khác với nhũ tương không theo sáng chế tương ứng C1 đến C5 được thể hiện trong Bảng 13 chỉ ở hoạt chất được sử dụng, còn các thành phần khác giống hệt. Nhũ tương theo sáng chế khi so với nhũ tương không theo sáng chế đã cho thấy các trị số TSA được cải thiện một cách rõ rệt (trị số HF, cảm giác sờ tay). Các đặc tính sờ tay được cải thiện được xác nhận trong các thử nghiệm tẩm. Cũng như cảm giác sờ tay, khả năng hấp thụ nước tốt cũng liên quan đến sự thoải mái khi mặc. Việc xử lý hoàn thiện bằng nhũ tương theo sáng chế không cho thấy bất kỳ một nhược điểm nào so với việc xử lý hoàn thiện bằng nhũ tương trên cơ sở các hoạt chất đã biết trong tình trạng kỹ thuật. Theo chất lượng nguyên liệu (độ dày và kiểu dệt) và thành phần, thậm chí có thể đạt được khả năng hấp thụ nước hoặc khả năng giữ nước tốt hơn. Khả năng hấp thụ nước hoặc khả năng giữ nước cũng bị ảnh hưởng bởi việc lựa chọn chất nhũ hoá được sử dụng.

Bảng 14: Nhũ tương theo sáng chế bao gồm chất bổ trợ để cải thiện mức độ tạo khối và các tính chất của chúng (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

%	I6	I7	I8	I9	I10	I11
RE0	20	-	20	-	20	-

RE1	-	20	-	20	-	20
TEGOPREN® 7008	4,0	4,0	-	-	-	-
TEGOPREN® 7009	-	-	4,0	4,0	-	-
Lutensol® TO 8	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Butyldiglycol	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
Dipropylen glycol	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5
Nước	58,7	58,7	58,7	58,7	58,7	58,7
Axit axetic	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Hình dạng bề ngoài	dung dịch trong	dung dịch trong	tách	tách	dung dịch trong	dung dịch trong
Thử nghiệm sờ tay (Trị số TSA)	39,3	38,1	38,0	38,4	36,8	37,2
Thử nghiệm tắm (1-5; 5 = ký hiệu tốt nhất)	5	4,3	4,3	4,3	3,8	4,0

Bảng 14 cho thấy rằng việc sử dụng thêm chất bổ trợ/chất phụ gia để cải thiện mức độ tạo khối (Tegopren® 7008 và Tegopren® 7009) có thể cải thiện hơn nữa các đánh giá sờ tay. Điều này cũng đúng với các đánh giá sờ tay mà được xác định bằng dụng cụ đo (trị số TSA, cảm giác sờ tay) và bằng tay (thử nghiệm tắm). Các hoạt chất theo sáng chế, kết hợp với chất bổ trợ/chất phụ gia để cải thiện mức độ tạo khối, thể hiện các kết quả tốt nhất khi chúng được biến đổi từ dung môi, đặc biệt là khi chúng được dùng làm các hỗn hợp với hàm lượng hoạt tính là 80%. Việc xử lý hoàn thiện này cũng rất ấn tượng trong đánh giá sờ tay với thử nghiệm tắm.

Bảng 15: Nhũ tương với chất bổ trợ được tối ưu hoá chi phí và các đặc tính của chúng (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

%	I12	C6	I13	I14	C7	I15
RE2	20,5	-	-	-	-	-
RE3	-	20,5	-	-	-	-
RE4	-	-	20,5	-	-	-
RE5	-	-	-	20,5	-	-
RE9	-	-	-	-	20,5	-
RE6	-	-	-	-	-	20,5
Isotridecanol 8EO	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Butyldiglycol	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
Dipropylen glycol	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
Nước	63,2	63,2	63,2	63,2	63,2	63,2
Axit axetic	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Hình dạng bề ngoài	dung dịch trong	tách	dung dịch trong	dung dịch trong	tách	dung dịch trong
Thử nghiệm sờ tay (Trị số TSA)	38,5	37,3	37,1	36,7	37,3	37,6

Bảng 15 cho thấy rằng, khi sử dụng chất bổ trợ được tối ưu hoá chi phí, như isotridecanol 8EO, tương tự như vậy, các đánh giá sờ tay rất tốt đạt được trong trường hợp nhũ tương theo sáng chế, mà không quan sát thấy sự tách pha. Bảng 16: Nhũ tương theo sáng chế và không theo sáng chế bao gồm các chất phụ gia để cải thiện mức độ tạo khối và các tính chất của chúng (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần).

%	I16	C8	I17	I18	C10	I19
RE2	18,5	-	-	-	-	-
RE3	-	18,5	-	-	-	-
RE4	-	-	18,5	-	-	-
RE5	-	-	-	18,5	-	-
RE9	-	-	-	-	18,5	-
RE6	-	-	-	-	-	18,5
TEGOPREN® 7008	5,6	5,6	5,6	5,6	5,6	5,6

Rewopal® LA 6	7,7	7,7	7,7	7,7	7,7	7,7
Butyldiglycol	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Nước	62,9	62,9	62,9	62,9	62,9	62,9
Axit axetic	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Hình dạng bề ngoài	dung dịch trong	tách	dung dịch trong	dung dịch trong	dung dịch trong	dung dịch trong
Thử nghiệm sờ tay (Trị số TSA)	38,3	37,9	37,3	38,2	37,4	37,3

Bảng 16 cho thấy các ưu điểm của nhũ tương theo sáng chế. Nhũ tương không theo sáng chế C8 cho thấy các kết quả tốt trong thử nghiệm sờ tay và không có hàm lượng còn lại của amin amit vì tính theo hoạt chất (V2), nó được điều chế chỉ từ alkanolamin, là amin bậc ba. Nhưng nhũ tương C8 có nhược điểm vì quan sát thấy sự tách pha. Ngược lại, không có sự tách pha trong trường hợp nhũ tương không theo sáng chế C10; mà thay vào đó là thu được dung dịch trong. Tuy nhiên, đánh giá sờ tay ở đây kém hơn rất nhiều. Do nhũ tương còn dựa trên cơ sở hoạt chất (V4) mà được điều chế chỉ từ amin amit là amin bậc ba, nên hàm lượng còn lại của amin amit là cao. Các chế phẩm theo sáng chế dẫn đến đặc tính pha có lợi, hàm lượng còn lại của amin amit thấp, và đánh giá sờ tay rất tốt. I12 và I16 cho thấy đánh giá sờ tay đặc biệt là tốt, cũng như tốt khả năng tạo chế phẩm tốt.

Bảng 17: Nhũ tương theo sáng chế và của các tính chất chúng - ảnh hưởng đến độ dài mạch của axit béo hoặc của alkoxylat (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

%	I20	I21	I22
RE2	20,5	-	-
RE7	-	20,5	-
RE8	-	-	20,5
Lutensol® TO 8	1,5	1,5	1,5
Dipropylen glycol	4,5	4,5	4,5
Butyldiglycol	10,0	10,0	10,0
Nước	63,2	63,2	63,2
Axit axetic	0,3	0,3	0,3
Hình dạng bề ngoài	dung dịch trong	dung dịch trong	dung dịch trong
Thử nghiệm sờ tay (Trị số TSA)	37,2	37,5	37,6

Bảng 17 cho thấy tác dụng của các amit của các axit béo khác (I20: cocoyl, I21: palmityl, I22: stearyl). Bất kể việc lựa chọn amit của axit béo, các kết quả rất tốt thu được trong thử nghiệm sờ tay. Ngoài ra, đã thấy rằng nếu mạch alkyl của gốc axit trong amin amit mà càng dài, thì các kết quả đánh giá trong thử nghiệm sờ tay càng tốt. Mỗi tương quan này cũng được xác nhận trong thử nghiệm tắm.

Bảng 18: Nhũ tương và các tính chất của chúng (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

%	I23	C11	C12
---	-----	-----	-----

RE8	20,5	-	-
RE9	-	20,5	-
RE10	-	-	20,5
Isotridecanol 6EO	10,5	10,5	10,5
Isotridecanol 12EO	1,8	1,8	1,8
Nước	66,8	66,8	66,8
Axit axetic	0,4	0,4	0,4
Hình dạng bề ngoài	dung dịch trong	dung dịch trong	dung dịch trong
Thử nghiệm sờ tay (Trị số TSA)	37,9	37,5	36,7
Thử nghiệm tắm (1-5; 5=tốt nhất)	4,8	4,5	4,0

Các kết quả trong bảng 18 đã cho thấy việc sử dụng các hoạt chất theo sáng chế cho kết quả đánh giá sờ tay tốt hơn so với các hoạt chất không theo sáng chế, đặc biệt là đối với các hoạt chất đang có bán trên thị trường.

Bảng 19: Nhũ tương theo sáng chế bao gồm các chất phụ gia để cải thiện mức độ tạo khối và các tính chất của chúng (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

%	I24	I25	I26
RE2	20,5	-	-
RE7	-	20,5	-
RE8	-	-	20,5
TEGOPREN® 7008	5,6	5,6	5,6
Dodecanol 6EO	7,7	7,7	7,7
Dipropylene glycol	3,3	3,3	3,3
Butyldiglycol	5,0	5,0	5,0
Nước	63,5	63,5	63,5
Hình dạng bề ngoài	dung dịch trong	dung dịch trong	dung dịch trong
Thử nghiệm sờ tay (Trị số TSA)	36,8	37,3	37,6

Các kết quả trong bảng 19 cũng cho thấy rõ ràng rằng việc sử dụng siloxan theo sáng chế cho kết quả đánh giá sờ tay tốt hơn. Điều cần được nhấn mạnh rằng việc sử dụng siloxan theo sáng chế cho kết quả đánh giá sờ tay tốt hơn, đặc tính pha tốt hơn và/hoặc hàm lượng amin amit thấp hơn. Để thử nghiệm đặc tính chống tĩnh điện, silicon bậc bốn được pha loãng trong nước mềm đến hàm lượng hoạt tính 20% trọng lượng và sau đó được đưa lên vải polyeste bằng cách nhuộm ngấm ép theo phương pháp nêu trên.

Bảng 20: thành phần chống tĩnh điện (hàm lượng tính theo % khối lượng trên cơ sở tổng khối lượng của các thành phần)

	C13	I27	C14	C15	I28
Silicon bậc bốn	40% V6 ²⁾	40% I14 ³⁾	21% V7 ⁴⁾	25% V8 ⁵⁾	25% RE8 ⁶⁾
Nước	60%	60%	79%	75%	75%
Hàm lượng hoạt tính	20%	20%	20%	20%	20%
Hình dạng bề ngoài	trong	đục	trắng sữa	trắng sữa	hai pha

²⁾ Chế phẩm chứa silicon bậc bốn được điều chế từ Amit1 và SE4 (b1 = 18)

³⁾ Chế phẩm chứa silicon bậc bốn được điều chế từ Amit2 và SE4 (b1 = 18)

- 4) Chế phẩm chứa silicon bậc bốn được điều chế từ Amit1 và SE2 ($b1 = 78$)
- 5) Chế phẩm chứa silicon bậc bốn được điều chế từ Amit1 và SE2 ($b1 = 78$)
- 6) Chế phẩm chứa silicon bậc bốn được điều chế từ Amit2 và SE2 ($b1 = 78$)

Việc so sánh I27 với C13 và I28 với C14 và C15 cho thấy rằng, với cùng chiều dài mạch siloxan, độ hòa tan kém hơn một chút được quan sát trong trường hợp các chế phẩm theo sáng chế I27 và I28. Tuy nhiên, khi được dùng làm thành phần có hoạt tính chống tĩnh điện và gây trượt, độ hòa tan có phần kém hơn làm giảm mức độ thâm nhập không mong muốn của sản phẩm vào nền sợi dệt. Thành phần có hoạt tính chống tĩnh điện trên vẫn còn trên bề mặt ở mức độ lớn hơn so với trong các ví dụ so sánh và dẫn đến tác dụng gây trượt tốt hơn kết hợp với tác dụng chống tĩnh điện tương tự. Để so sánh các sản phẩm, không một chất bổ trợ tiếp theo nào mà thường được sử dụng trong các chế phẩm kéo sợi nào được sử dụng. Trong trường hợp I28, sự tách pha được quan sát. Vì lý do này, không thực hiện phép đo về tính chống tĩnh điện.

Bảng 21: Đặc tính chống tĩnh điện

	Điện trở tính theo Ω (0,01 g mẫu/1 g hàng dệt)	Điện trở tính theo Ω (0,02 g mẫu/1 g hàng dệt)	Điện trở tính theo Ω (0,03 g mẫu/1 g hàng dệt)
C13	5,94E+08	4,75E+08	2,80E+07
I27	2,29E+09	1,37E+09	4,96E+08
C14	1,03E+10	2,81E+10	2,02E+10
C15	9,05E+10	3,83E+10	8,41E+09
I28	không được xác định	không được xác định	không được xác định
Mẫu trắng ⁷⁾	4,13E+11	4,13E+11	4,13E+11

⁷⁾ Trị số đối với vải polyeste không được xử lý

Các mẫu bao gồm hợp chất siloxan mạch ngắn có 13 nguyên tử cacbon và I27 cho thấy tác dụng chống tĩnh điện thích hợp. Đặc tính chống tĩnh điện của chế phẩm trong ví dụ I27 theo sáng chế có phần nào kém hơn một chút so với trường hợp của chế phẩm trong ví dụ C13 không theo sáng chế. Sự khác biệt này có thể chấp nhận được và được bù lại thì chế phẩm trong ví dụ theo sáng chế lại có tác dụng gây trượt tốt hơn và cảm giác sờ tay tốt hơn. Chế phẩm trong ví dụ theo sáng chế ít có xu hướng thâm nhập vào vải và do đó cải thiện cải thiện sờ tay. Điện trở được xác định trong các điều kiện biên được lý tưởng hóa cần được quan sát theo tiêu chuẩn DIN nêu trên. Tuy nhiên, trong ứng dụng công nghiệp, đã thấy rằng việc xử lý hoàn thiện chống tĩnh điện trong trường hợp C13 giảm theo thời gian, trong khi đặc tính chống tĩnh điện của I27 vẫn gần như không thay đổi. Điều này được cho là ma sát tăng cao trong điều kiện thực dẫn đến sự thâm nhập cao

của mẫu không theo sáng chế vào hàng dệt, khiến cho việc xử lý hoàn thiện chống tĩnh điện giảm theo thời gian. Trái lại, sản phẩm theo sáng chế, ít có xu hướng thâm nhập hơn và dẫn đến kết quả xử lý hoàn thiện về cơ bản không đổi trong các điều kiện ứng suất mà vốn là thông lệ trong sản xuất.

Chế phẩm pha loãng trong nước để chăm sóc ô tô:

Các chất được sử dụng:

Carspray 90	Di-(Oleyl carboxyetyl) Hydroxyetyl Metylmoni Metosulfat
REWOCARE DOC	diethylhexyl cacbonat
TEGO POLISH ADDITIV 5	decametylcyclopentasiloxan, D5
REWOPAL MPG 40	tetraetylen monophenyl ete
DPG	dipropylen glycol
TEGOPREN 6922	Quaternium 80 (silicon bậc bốn)
REWOQUAT CR 3099	Di Oleic axit Isopropyleste Dimetylmoni Metosulfat
Butyl Cellosolve	2-butyletanol
REWOCARE OT	Isooctyl Tallowate

Bảng 22: Các chế phẩm chăm sóc ô tô (hàm lượng tính theo phần khối lượng)

Thành phần	Chế phẩm với chất chuẩn	Chế phẩm với I15	Chế phẩm với I16
Carspray 90	12 phần	12 phần	12 phần
REWOCARE® DOC	5 phần	5 phần	5 phần
D5	2 phần	2 phần	2 phần
REWOPAL® MPG 40	6 phần	6 phần	6 phần
DPG	8 phần	8 phần	8 phần
TEGOPREN® 6922	0,8 phần		
I15		0,8 phần	
I16			0,8 phần
Nước	65,7 phần	65,7 phần	65,7 phần
Axit axetic, đậm đặc	0,5 phần	0,5 phần	0,5 phần

Bảng 23: Các chế phẩm chăm sóc ô tô (hàm lượng tính theo phần khối lượng)

Thành phần	Chế phẩm với chất chuẩn	Chế phẩm với I15	Chế phẩm với I16
REWOQUAT® CR 3099	10 phần	10 phần	10 phần
REWOPAL® MPG 40	8,6 phần	8,6 phần	8,6 phần
Butyl Cellosolve	6,2 phần	6,2 phần	6,2 phần
REWOCARE® OT	8 phần	8 phần	8 phần
D5	3 phần	3 phần	3 phần
TEGOPREN® 6922	0,8 phần		
I15		0,8 phần	
I16			0,8 phần
Nước	62,9 phần	62,9 phần	62,9 phần
Axit axetic, đậm đặc	0,5 phần	0,5 phần	0,5 phần

Các chế phẩm chăm sóc ô tô này được thử nghiệm về khả năng pha loãng nước bằng cách pha loãng 1 phần chế phẩm chăm sóc ô tô (xem các bảng 22 và 23) với 26 phần nước. Các chế phẩm này phải không có vẩn đục.

Bảng 24: Các chế phẩm cơ bản dùng cho chất làm mềm vải (không có mùi, màu và các chất phụ gia khác) (hàm lượng tính theo phần khối lượng)

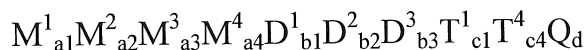
Thành phần	Chế phẩm với chất chuẩn	Chế phẩm với I3
SQ1	0,15	
I3		0,15 phần

37444

REWOQUAT® WE 18	5,65 phần	5,65 phần
Nước	94,2 phần	94,2 phần

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Siloxan (A) có công thức (I)



Công thức (I)

với

$$M^1 = [R^1_3SiO_{1/2}];$$

$$M^2 = [R^2R^1_2SiO_{1/2}];$$

$$M^3 = [R^3R^1_2SiO_{1/2}];$$

$$M^4 = [R^4R^1_2SiO_{1/2}];$$

$$D^1 = [R^1_2SiO_{2/2}];$$

$$D^2 = [R^1R^2SiO_{2/2}];$$

$$D^3 = [R^1R^3SiO_{2/2}];$$

$$T^1 = [R^1SiO_{3/2}];$$

$$T^4 = [R^4SiO_{3/2}];$$

$$Q = [SiO_{4/2}];$$

$a1 = 0$ đến 32 , tốt hơn nếu là 0 đến 19 , đặc biệt là 0 đến 12 ;

$a2 = 0$ đến 32 , tốt hơn nếu là 1 đến 10 , đặc biệt là 1 đến 3 ;

$a3 = 0$ đến 32 , tốt hơn nếu là 1 đến 10 , đặc biệt là 1 đến 2 ;

$a4 = 0$ đến 6 , tốt hơn nếu là 0 đến 1 , đặc biệt là 0 ;

$b1 = 1$ đến 1000 , tốt hơn nếu là 5 đến 500 , đặc biệt là 10 đến 400 ;

$b2 = 0$ đến 10 , tốt hơn nếu là 0 đến 5 , đặc biệt là 0 ;

$b3 = 0$ đến 10 , tốt hơn nếu là 0 đến 5 , đặc biệt là 0 ;

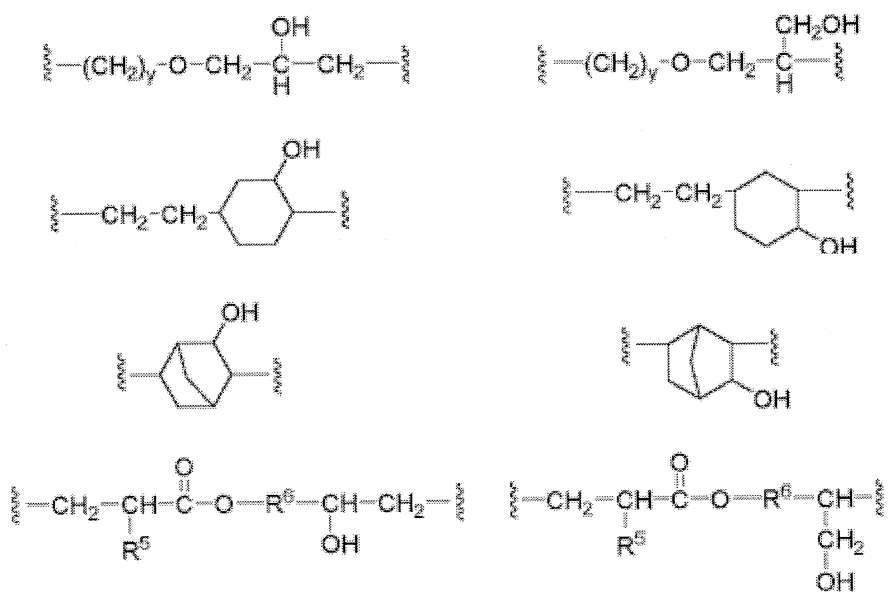
$c1 = 0$ đến 10 , tốt hơn nếu là 0 đến 5 , đặc biệt là 0 đến 4 ;

$c4 = 0$ đến 5 , tốt hơn nếu là 0 đến 2 , đặc biệt là 0 ;

$d = 0$ đến 10 , tốt hơn nếu là 0 đến 5 , đặc biệt là 0 đến 4 ;

R^1 = độc lập với nhau là các gốc hydrocacbon giống hoặc khác nhau, tốt hơn nếu có 1 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu là các gốc alkyl có 1 đến 30 nguyên tử cacbon hoặc các gốc hydrocacbon thơm có 6 đến 30 nguyên tử cacbon, còn tốt hơn nữa nếu là các gốc alkyl có 1 đến 14 nguyên tử cacbon hoặc các gốc hydrocacbon thơm đơn vòng, trong đó tốt hơn nếu là các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, còn tốt hơn nữa nếu là metyl, etyl, propyl hoặc phenyl, đặc biệt là metyl; $R^2 = R^{21}-R^{22}$;

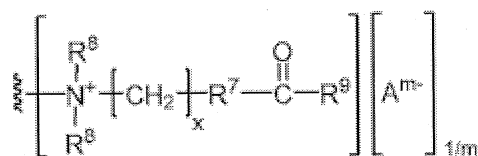
R^{21} = độc lập với nhau là các gốc hydrocacbon hóa trị hai giống hoặc khác nhau có ít nhất một nhóm hydroxyl và tùy ý các nguyên tử oxy bổ sung và tốt hơn nếu là 2 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu còn chứa 1 đến 2 nguyên tử oxy bổ sung, còn tốt hơn nữa nếu chứa các nhóm chức được chọn từ các nhóm ete, carbonyl và este, còn tốt hơn nữa nếu độc lập với nhau là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm



đặc biệt là độc lập với nhau là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm



R^{22} = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức (II),

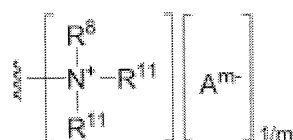


Công thức (II);

$$R^3 = R^{31} - R^{32};$$

$$R^{31} = R^{21};$$

R^{32} = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức (III)



Công thức (III)

R^4 = độc lập với nhau là các nhóm alkoxy hoặc các nhóm axyloxy giống hoặc khác nhau, tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu là các nhóm axetoxy và/hoặc các nhóm metoxy, các nhóm etoxy, các nhóm n-propoxy, các nhóm isopropoxy, các nhóm n-butoxy, các nhóm tert-butoxy và/hoặc các nhóm alkoxy có nguồn gốc từ các gốc glycol, ví dụ propylen glycol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, hexylen glycol, pentylen glycol, butyldiglycol, đặc biệt là các nhóm isopropoxy;

R^5 = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức được chọn từ nhóm bao gồm hydro và các gốc hydrocacbon, tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu được chọn từ nhóm bao gồm các gốc alkyl có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, trong đó tốt hơn nếu các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, đặc biệt là metyl;

R^6 = độc lập với nhau là các gốc hydrocacbon hóa trị hai giống hoặc khác nhau tùy ý chứa các nhóm ete, tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu là metylen;

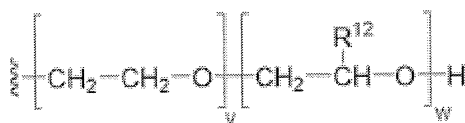
R^7 = độc lập với nhau là các gốc hóa trị hai giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm -O- và -NR¹⁰-, tốt hơn nếu là -NR¹⁰-;

R^8 = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức được chọn từ nhóm bao gồm các gốc hydrocacbon, tốt hơn nếu có 1 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu được chọn từ nhóm bao gồm các gốc alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no có 1 đến 12 nguyên tử cacbon, còn tốt hơn nữa nếu độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau được chọn từ nhóm bao gồm metyl, etyl, n-propyl, isopropyl, n-butyl, isobutyl, tert-butyl, còn tốt hơn nữa nếu độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức được chọn từ nhóm bao gồm metyl, etyl, n-propyl, isopropyl, đặc biệt là metyl;

R^9 = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức được chọn từ nhóm bao gồm hydro và các gốc hydrocacbon, tốt hơn nếu có 1 đến 30 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu được chọn từ nhóm bao gồm các gốc alkyl có 1 đến 30 nguyên tử cacbon, còn tốt hơn nữa nếu các gốc alkyl có 12 đến 24 nguyên tử carbon, đặc biệt là có 16 đến 22 nguyên tử cacbon, trong đó tốt hơn nếu các gốc hydrocacbon hoặc các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, no hoặc không no, tốt hơn nữa nếu là mạch thẳng, không được thế và no;

R^{10} = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức được chọn từ nhóm bao gồm hydro, $-C(=O)R^9$ và các gốc hydrocacbon, tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu là các gốc alkyl có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, trong đó tốt hơn nếu các gốc hydrocacbon hoặc các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, được thế hoặc không được thế, no hoặc không no, tốt hơn nữa nếu là mạch thẳng, không được thế và no; đặc biệt tốt hơn nếu R^{10} là hydro;

R^{11} = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức được chọn từ nhóm bao gồm các gốc hydrocacbon có ít nhất một nhóm hydroxyl và tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu là các gốc alkyl có ít nhất một nhóm hydroxyl và tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, trong đó tốt hơn nếu là các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, và các gốc có công thức (IV)



Công thức (IV)

tốt hơn nếu là 2-hydroxyethyl và/hoặc 2-hydroxypropyl;

R^{12} = độc lập với nhau là các gốc giống hoặc khác nhau có công thức được chọn từ nhóm bao gồm các gốc hydrocacbon, tốt hơn nếu có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu là các gốc alkyl có 1 đến 6 nguyên tử cacbon, trong đó tốt hơn nếu các gốc alkyl này là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, no hoặc không no, tốt hơn nếu là metyl và etyl, đặc biệt là metyl;

A^{m-} = độc lập với nhau là các anion giống hoặc khác nhau được chọn từ các anion vô cơ hoặc hữu cơ của các axit H_mA , và các dẫn xuất của chúng,

$m = 1$ đến 3, tốt hơn nếu là 1 đến 2, đặc biệt là 1;

$v = 0$ đến 30, tốt hơn nếu là 0 đến 10, đặc biệt là 1 đến 3;

$w = 0$ đến 30, tốt hơn nếu là 0 đến 10;

$x = 2$ đến 18, tốt hơn nếu là 3;

$y = 2$ đến 18, tốt hơn nếu là 3;

khác biệt ở chỗ các điều kiện (i) và (ii) được thỏa mãn:

(i) $a_2 + b_2 \geq 1$;

(ii) $a_3 + b_3 \geq 1$.

2. Siloxan (A) theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, ngoài ra, hoặc điều kiện (iii) hoặc điều kiện (iv) được thỏa mãn:

(iii) $a_1 = a_4 = b_2 = b_3 = c_1 = c_4 = d = 0$

và

$a_2 = a_3 = 1$;

(iv) $b_2 = b_3 = 0$

và

$c_1 + c_4 + d \geq 1$

và

$a_2 + a_3 + a_4 \geq 3$, tốt hơn nếu $a_2 \geq 2$, $a_3 \geq 1$ và $a_4 = 0$.

3. Chế phẩm, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa ít nhất một siloxan (A) theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 và 2.

4. Chế phẩm theo điểm 3, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này còn chứa ít nhất một siloxan được chọn từ nhóm bao gồm siloxan (B) và siloxan (C), trong đó:

siloxan (B) là siloxan khác với siloxan theo điểm 1 ít nhất ở điểm là, tốt hơn nếu chính xác ở điểm là, các điều kiện (v) và (vi) được thỏa mãn chứ không phải là các điều kiện (i) đến (iv):

$$(v) \ a_2 = b_2 = 0,$$

$$(vi) \ a_3 + b_3 \geq 2;$$

siloxan (C) là siloxan khác với siloxan theo điểm 1 ít nhất ở điểm là, tốt hơn nếu chính xác ở điểm là, các điều kiện (vii) và (viii) được thỏa mãn chứ không phải là các điều kiện (i) và (iv):

$$(vii) \ a_3 = b_3 = 0,$$

$$(viii) \ a_2 + b_2 \geq 2.$$

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm 3 và 4, khác biệt ở chỗ,

a. tỷ lệ phần trăm khối lượng của ít nhất một siloxan (A) tính trên tổng khối lượng của các siloxan là nằm trong khoảng từ 20% đến 70%, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 25% đến 60%, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 30% đến 50%; và/hoặc

b. tỷ lệ phần trăm khối lượng của ít nhất một siloxan (B) tính trên tổng khối lượng của các siloxan là nằm trong khoảng từ 0% đến 15%, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1% đến 10%; và/hoặc

c. tỷ lệ phần trăm khối lượng của ít nhất một siloxan (C) tính trên tổng khối lượng của các siloxan là nằm trong khoảng từ 3% đến 80%, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 5% đến 60%, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 10% đến 50%.

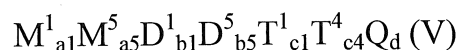
6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 3 đến 5, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa các amin amit, trong đó tỷ lệ phần trăm khối lượng của các amin amit tính trên tổng khối lượng của các siloxan là nhỏ hơn 1%, tốt hơn nếu nhỏ hơn 0,8%, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 0,6%, đặc biệt là nhỏ hơn 0,4%, hoặc chế phẩm này không chứa amin amit bất kỳ.

7. Quy trình điều chế siloxan (A) theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 và 2 bao gồm ít nhất một bước quy trình trong đó ít nhất một siloxan có nhóm chức epoxy có ít nhất hai nhóm epoxy được phản ứng với ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các

amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, và với ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin để tạo ra các nhóm amoni bậc bốn.

8. Quy trình điều chế chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 3 đến 6 bao gồm ít nhất một bước quy trình trong đó ít nhất một siloxan có nhóm chức epoxy có ít nhất hai nhóm epoxy được phản ứng với ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, và với ít nhất một amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin để tạo ra các nhóm amoni bậc bốn.

9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 7 và 8, khác biệt ở chỗ siloxan có nhóm chức epoxy được điều chế bằng phản ứng hydrosilyl hóa ít nhất một epoxit không no olefin, tốt hơn nếu là được chọn từ nhóm bao gồm ete allyl glycidyl, vinylcyclohexen monoxit và norbornadien monoepoxit, đặc biệt là ete allyl glycidyl, với ít nhất một siloxan có nhóm chức SiH có công thức (V)



với

$$M^5 = [R^1_2SiHO_{1/2}],$$

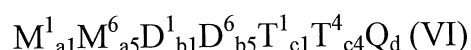
$$D^5 = [R^1SiHO_{2/2}],$$

$a5 = 0$ đến 32, tốt hơn nếu là 1 đến 10, tốt hơn nữa nếu là 2 đến 3, đặc biệt là 2;

$b5 = 0$ đến 10, tốt hơn nếu là 0 đến 5, đặc biệt là 0;

trong đó M^1 , D^1 , T^1 , T^4 , Q , $a1$, $b1$, $c1$, $c4$, d và R^1 được xác định như trong công thức (I).

10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 9, khác biệt ở chỗ siloxan có nhóm chức epoxy là siloxan có công thức (VI)

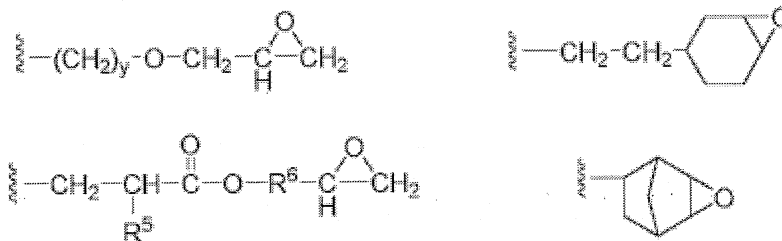


với

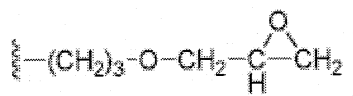
$$M^6 = [R^{13}R^1_2SiO_{1/2}],$$

$$D^6 = [R^{13}R^1SiO_{2/2}],$$

R^{13} = độc lập với nhau là các gốc epoxy hữu cơ giống hoặc khác nhau, tốt hơn nếu được chọn từ nhóm bao gồm



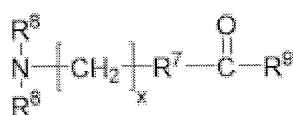
đặc biệt là



trong đó M^1 , D^1 , T^1 , T^4 , Q , $a1$, $a5$, $b1$, $b5$, $c1$, $c4$, d , R^1 , R^5 , R^6 và y được xác định như trong công thức (I).

11. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 10, khác biệt ở chỗ, hàm lượng còn lại của các amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este, tốt hơn nếu là các amin amit, sau phản ứng, theo tỷ lệ phần trăm khối lượng tính trên tổng khối lượng của chế phẩm, là nhỏ hơn 1%, tốt hơn nếu nhỏ hơn 0,8%, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 0,6%, đặc biệt là nhỏ hơn 0,4%.

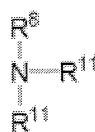
12. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 11, khác biệt ở chỗ, amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các amin amit và các amin este là amin bậc ba có công thức (VII)



Công thức (VII)

trong đó R^8 , R^7 , R^9 và x được xác định như trong công thức (II).

13. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 12, khác biệt ở chỗ, amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm các dialkanolamin là amin bậc ba có công thức (VIII)



Công thức (VIII)

trong đó R^8 và R^{11} được xác định như trong công thức (III).

14. Chế phẩm thu được từ quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 13.

15. Chế phẩm, tốt hơn nếu là nhũ tương nước, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chứa nước và ít nhất một siloxan (A) theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 và 2 hoặc chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 3 đến 6 và/hoặc 14 và/hoặc sản phẩm từ quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 13, tốt hơn nếu chứa, theo tỷ lệ phần trăm khối lượng tính trên tổng khối lượng của chế phẩm, các thành phần sau:

a) 20% đến 99,5%, tốt hơn nếu là 40% đến 97%, đặc biệt là 60% đến 95%, nước;

b) 0,5% đến 80%, tốt hơn nếu là 3% đến 60%, đặc biệt là 5% đến 40%, ít nhất một siloxan chứa ít nhất một siloxan (A) và tốt hơn nếu chứa ít nhất một siloxan (B) và/hoặc ít nhất một siloxan (C);

c) tốt hơn nếu là 1% đến 10% ít nhất một chất nhũ hóa;

d) tốt hơn nếu là 5% đến 20% ít nhất một glycol; và

e) tốt hơn nếu là 0% đến 1% axit axetic.