



(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)



1-0041677

(51)^{2021.01} C08G 65/336; C09K 3/18

(13) B

(21) 1-2022-01387

(22) 20/07/2020

(86) PCT/JP2020/028067 20/07/2020

(87) WO2021/029187 18/02/2021

(30) 2019-147457 09/08/2019 JP

(45) 25/11/2024 440

(43) 25/07/2022 412

(73) SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD. (JP)

4-1, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 1000005, Japan

(72) SAKOH Ryusuke (JP); YAMANE Yuji (JP).

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

(54) POLYME CHỨA NHÓM FLOPOLYETE, CHẤT XỬ LÝ BỀ MẶT, VÀ VẬT PHẨM

(57) Sáng chế đề cập đến chất xử lý bề mặt bao gồm polyme chứa nhóm flopolyete có công thức chung (1), có nhóm silyl được hydroxyl hóa hoặc nhóm silyl dễ thủy phân, và/hoặc sản phẩm polyme trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn. Chất xử lý bề mặt này có khả năng tạo ra các màng phủ đóng rắn, có khả năng chống thấm nước và dầu tuyệt vời, và độ bền mài mòn bởi sợi thép và có góc trượt nước nhỏ.

Công thức (1): $Rf-[CH(V)_2]_a$

(Trong công thức nêu trên, Rf là gốc hóa trị một hoặc của polyme có nhóm flooxyalkylen, mỗi gốc V độc lập là nhóm có hóa trị một có nhóm silyl được hydroxyl hóa hoặc nhóm silyl dễ thủy phân ở cuối mạch và không có nhóm phân cực bên cạnh nhóm silyl được hydroxyl hóa hoặc nhóm silyl dễ thủy phân, và α bằng 1 hoặc 2.)

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

[0001]

Sáng chế đề cập đến polyme chứa flopolyete (hoặc hợp chất có gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai trong phân tử), và cụ thể hơn, đề cập đến polyme chứa flopolyete có khả năng tạo lớp phủ có tính chống thấm nước/dầu và độ bền mài mòn được cải thiện, chất xử lý bề mặt bao gồm polyme và/hoặc sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn của nó, và vật phẩm được xử lý bề mặt bằng chất xử lý bề mặt này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

[0002]

Gần đây, nhu cầu lắp các tấm cảm ứng làm màn hình trên điện thoại di động và các màn hình hiển thị khác đang gia tăng. Trong khi tấm cảm ứng có màn hình để trần, nhưng có nhiều khả năng ngón tay hoặc má tiếp xúc trực tiếp với màn hình. Tấm cảm ứng có thể dễ dàng bị bám bẩn một cách không mong muốn bởi các vết bẩn như bã nhờn. Nhu cầu tăng lên hàng năm về công nghệ để đạt được khả năng không bám dấu tay hoặc dễ dàng loại bỏ vết bẩn trên bề mặt màn hình để có diện mạo hoặc khả năng hiển thị tốt hơn. Do vậy, mong muốn có vật liệu có khả năng đáp ứng các yêu cầu này. Cụ thể, đối với các màn hình cảm ứng dễ dàng bị bám dấu tay, mong muốn để tạo ra lớp chống thấm nước/dầu trên bề mặt của chúng. Tình trạng kỹ thuật trước của các lớp chống thấm nước/dầu có tính chống thấm nước/dầu cao và dễ dàng lau sạch vết bẩn, nhưng có vấn đề là tính năng chống thấm suy giảm trong quá trình sử dụng.

[0003]

Nói chung, do năng lượng tự do bề mặt của chúng cực thấp, các hợp chất chứa flopolyete thể hiện khả năng chống nước/dầu, khả năng chịu hóa chất, độ trơn, tách lớp, chống thấm và khác các tính chất. Tận dụng những các tính chất ưu thế

này, chúng được sử dụng trong nhiều lĩnh vực công nghiệp làm các tác nhân chống thấm nước/dầu cho giấy và hàng dệt, các chất làm trơn phương tiện ghi từ tính, các tác nhân chống thấm dầu các thiết bị chính xác, các tác nhân tách lớp, thành phần trong mỹ phẩm, màng bảo vệ và tương tự. Ngược lại, các tính chất này thể hiện tính không dính hoặc không bám dính vào các mặt nền khác. Mặc dù chúng có thể được phủ lên bề mặt nền, lớp phủ khó có thể bám chặt vào bề mặt đó.

[0004]

Mặt khác, silan các chất liên hợp đã được biết đến vì khả năng liên kết các bề mặt thủy tinh hoặc nền vải với các hợp chất hữu cơ. Chúng được sử dụng rộng rãi làm chất phủ bề mặt cho nhiều mặt nền. Chất liên hợp silan chứa nhóm chức hữu cơ và nhóm silyl hoạt động (thường là silyl dễ bị thủy phân, như alkoxysilyl) trong phân tử. Với sự có mặt của hơi ẩm trong không khí hoặc tương tự, các nhóm silyl dễ bị thủy phân bắt đầu tự phản ứng trùng ngưng để tạo ra lớp phủ. Các nhóm silyl dễ bị thủy phân tạo ra các liên kết hóa học và liên kết vật lý với bề mặt của thủy tinh hoặc kim loại, nhờ đó lớp phủ trở thành lớp phủ cứng có độ bền.

[0005]

Tài liệu là các bằng sáng chế từ 1 đến 6 (JP-A 2008-534696, JP-A 2008-537557, JP-A 2012-072272, JP-A 2012-157856, JP-A 2013-136833, JP-A 2015-199906) bộc lộ chế phẩm bao gồm polyme chứa flopolyete, thu được bằng cách cho nhóm silyl dễ thủy phân vào hợp chất chứa flopolyete, chế phẩm bám chặt vào bề mặt nền và có khả năng tạo lớp phủ với khả năng chống thấm nước/dầu, khả năng chịu hóa chất, độ trơn, tách lớp, chống thấm và khác các tính chất trên bề mặt nền.

[0006]

Khi các thấu kính và các lớp phủ chống phản xạ được xử lý bề mặt bằng chế phẩm bao gồm polyme chứa flopolyete, thu được bằng cách cho nhóm silyl dễ thủy phân vào hợp chất chứa flopolyete, các lớp phủ đã đóng rắn được cải thiện về độ bền mài mòn với sợi thép, nhưng có góc trượt nước lớn do độ bền được cải thiện. Góc trượt nước nhỏ biểu thị độ bền mài mòn kém.

Các giải pháp kỹ thuật đã biết

Tài liệu sáng chế

[0007]

Tài liệu bằng sáng chế 1: JP-A 2008-534696

Tài liệu bằng sáng chế 2: JP-A 2008-537557

Tài liệu bằng sáng chế 3: JP-A 2012-072272

Tài liệu bằng sáng chế 4: JP-A 2012-157856

Tài liệu bằng sáng chế 5: JP-A 2013-136833

Tài liệu bằng sáng chế 6: JP-A 2015-199906

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật của sáng chế

[0008]

Để giải quyết các vấn đề nêu trên, mục đích của sáng chế là đề xuất polyme chứa flopolyete có khả năng tạo ra lớp màng đóng rắn có tính chống thấm nước/dầu và độ bền mài mòn được cải thiện, chất xử lý bề mặt bao gồm polyme và/hoặc sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn của nó, và vật phẩm được xử lý bề mặt bằng chất xử lý bề mặt này.

Mô tả chi tiết sáng chế

[0009]

Thực hiện các nghiên cứu sâu rộng để đạt được mục đích trên đây, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng trong số các polyme chứa flopolyete trên đây, polyme chứa flopolyete có nhóm silyl chứa hydroxy hoặc nhóm silyl dễ thủy phân, có công thức chung (1), được nêu dưới đây, đặc biệt là polyme chứa flopolyete có nhóm silyl chứa hydroxy hoặc nhóm silyl dễ thủy phân, có công thức chung (2), được nêu dưới đây, có tác dụng là chất xử lý bề mặt bao gồm polyme và/hoặc sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn của nó có khả năng tạo ra lớp phủ đóng rắn được cải thiện tính chống thấm nước/dầu, độ bền mài mòn với sợi thép

được cải thiện, và góc trượt nước nhỏ. Sáng chế được thực hiện dựa trên phát hiện này.

[0010]

Do đó, sáng chế đề xuất polyme chứa flopolyete (hoặc hợp chất có gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai trong phân tử), chất xử lý bề mặt, và vật phẩm như được định nghĩa dưới đây.

[1]

Polyme chứa flopolyete có công thức chung (1):

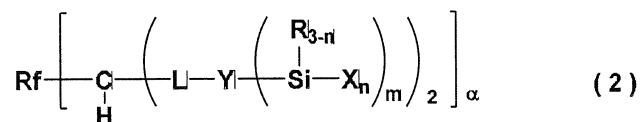


trong đó Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai, v độc lập là nhóm có hoá trị một có nhóm silyl chứa hydroxy hoặc nhóm silyl dễ thủy phân ở cuối mạch, mà không phải là nhóm phân cực khác bất kỳ ngoài nhóm silyl chứa hydroxy và nhóm silyl dễ thủy phân, và α bằng 1 hoặc 2.

[2]

Polyme chứa flopolyete [1], có công thức chung (2):

[Công thức 1]

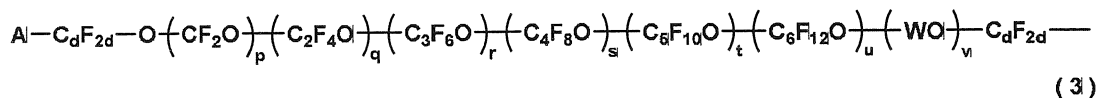


trong đó Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai, mỗi L độc lập là liên kết đơn hoặc nguyên tử khác loại hoá trị 2, mỗi Y độc lập là nhóm hydrocacbon có hóa trị từ 2 đến 6 mà có thể chứa nguyên tử silic và/hoặc liên kết siloxan, R độc lập là $\text{C}_1\text{-C}_4$ alkyl hoặc phenyl, X độc lập là nhóm hydroxy hoặc nhóm dễ thủy phân, n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, m là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5, và α bằng 1 hoặc 2.

[3]

Polyme chứa flopolyete [1] hoặc [2] trong đó trong công thức (1) hoặc (2), α bằng 1, và Rf là nhóm có công thức chung (3):

[Công thức 2]

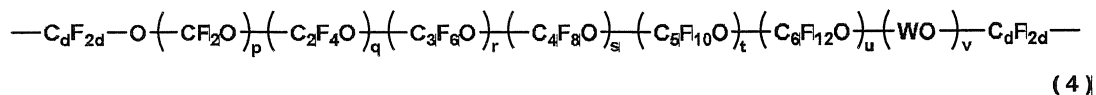


trong đó A là flo, hydro, nhóm floalkyl hoặc nhóm floalkyl chứa ít nhất một nguyên tử hydro, W là nhóm C₁-C₆ floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, mỗi d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, mỗi p, q, r, s, t, u và v là số nguyên từ 0 đến 200, p+q+r+s+t+u+v nằm trong khoảng từ 3 đến 200, mỗi đơn vị liên quan đến p, q, r, s, t, u và v có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p, q, r, s, t, u và v có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên.

[4]

Polyme chứa flopolyete [1] hoặc [2] trong đó trong công thức (1) hoặc (2), α là 2, và Rf là nhóm có công thức chung (4):

[Công thức 3]



trong đó W là nhóm C₁-C₆ floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, mỗi d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, mỗi p, q, r, s, t, u và v là số nguyên từ 0 đến 200, p+q+r+s+t+u+v nằm trong khoảng từ 3 đến 200, mỗi đơn vị liên quan đến p, q, r, s, t, u và v có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p, q, r, s, t, u và v có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên.

[5]

Một polyme chứa flopolyete bất kỳ trong các polyme từ [2] đến [4], trong đó, trong công thức (2), hai L có mặt ở một đầu của mạch phân tử khi α=1, và hai L có mặt ở mỗi đầu đối diện của mạch phân tử khi α=2; một L ở mỗi đầu của mạch phân tử là nguyên tử oxy, và L còn lại là liên kết đơn, và mỗi Y độc lập là nhóm

được chọn từ nhóm bao gồm nhóm C_3-C_{10} alkylen, nhóm alkylen chứa C_6-C_8 arylen, nhóm có hóa trị 2 có các gốc alkylen liên kết thông qua cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen, nhóm có hóa trị từ 2 đến 4 có gốc C_2-C_{10} alkylen được liên kết với liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng với từ 2 đến 10 nguyên tử silic có hóa trị từ 2 đến 4, và nhóm có hóa trị từ 2 đến 4 có gốc C_2-C_{10} alkylen được liên kết với liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng với 3 đến 10 nguyên tử silic có hóa trị từ 2 đến 4.

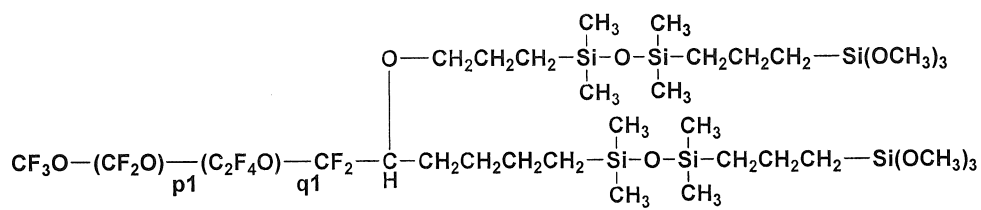
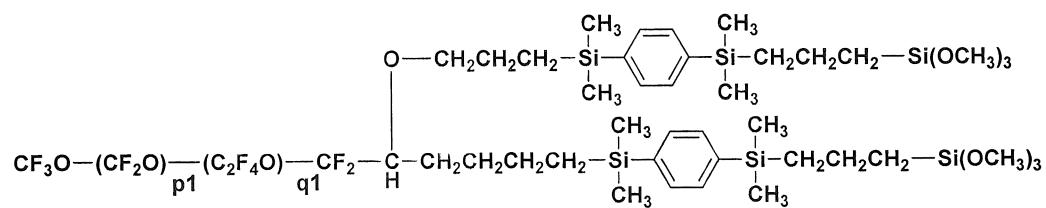
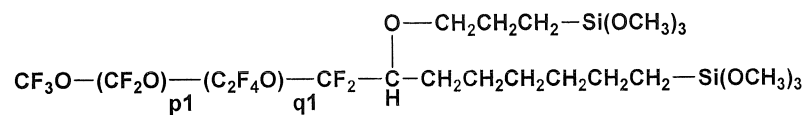
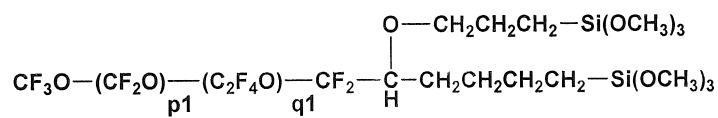
[6]

Một polyme chứa flopolyete bất kỳ trong các polyme từ [2] đến [5] trong đó trong công thức (2), mỗi X độc lập được chọn từ nhóm bao gồm hydroxy, nhóm alkoxy C_1-C_{10} , nhóm alkoxyalkoxy C_2-C_{10} , nhóm axyloxy C_1-C_{10} , nhóm alkenyloxy C_2-C_{10} , và halogen.

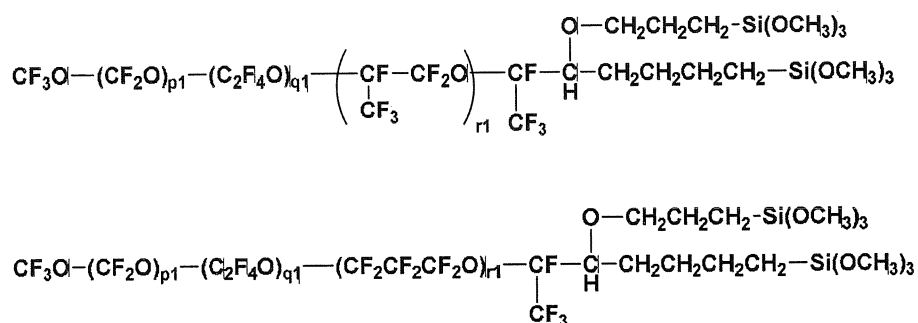
[7]

Một polyme chứa flopolyete bất kỳ trong các polyme từ [2] đến [6] trong đó polyme có công thức (2) được chọn từ các polyme có các công thức sau:

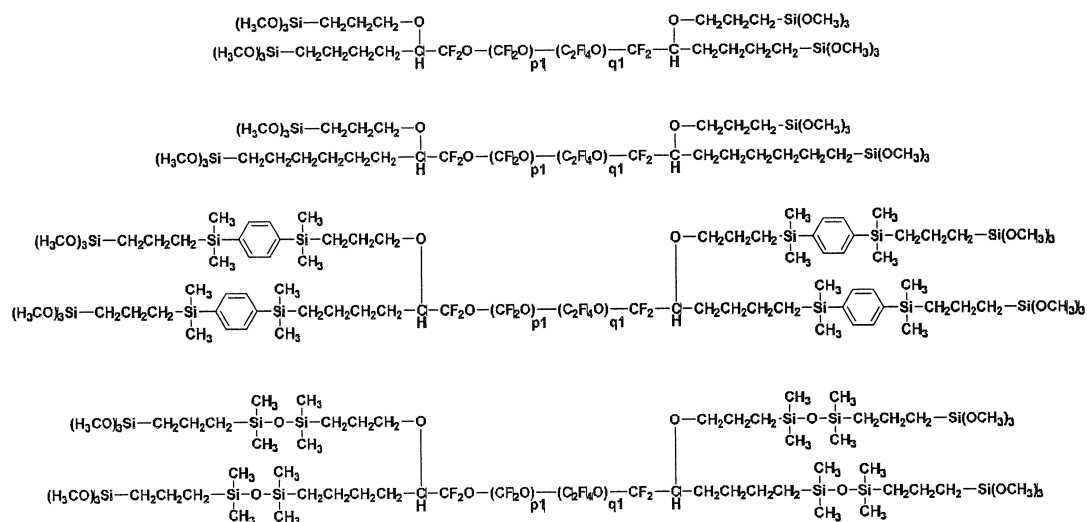
[Công thức 4]



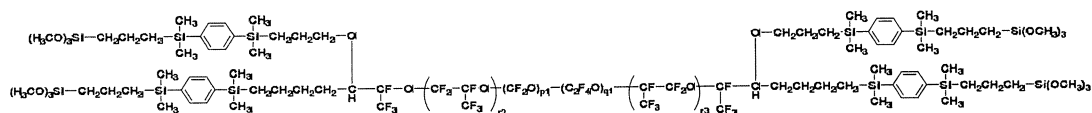
[Công thức 5]



[Công thức 6]



[Công thức 7]



trong đó p_1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 100, q_1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 100, r_1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 100, r_2 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 99, r_3 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 99, tổng của p_1 , q_1 , r_1 , r_2 và R_3 là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110, và

đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p1, q1, r1, r2, và R3 có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên.

[8]

Chất xử lý bề mặt bao gồm một polyme chứa flopolyete bất kỳ trong các polyme từ [1] đến [7] và/hoặc sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn của nó.

[9]

Chất xử lý bề mặt [8] trong đó nhóm flopolyete trong polyme chứa flopolyete là gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một ở cuối mạch phân tử.

[10]

Vật phẩm có bề mặt được xử lý bằng chất xử lý bề mặt [8] hoặc [9].

Lợi ích đạt được của sáng chế

[0011]

Polyme chứa flopolyete của sáng chế được cải thiện về độ bám dính vào mặt nền và khả năng thấm ướt. Vật phẩm được xử lý bề mặt bằng chất xử lý bề mặt bao gồm polyme và/hoặc sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn của nó được cải thiện về khả năng chống thấm nước/dầu, độ bền mài mòn với sợi thép, và trượt nước.

Mô tả các phương án

[0012]

Sáng chế đề xuất polyme chứa flopolyete có nhóm flopolyete và nhóm chức hoạt động trong phân tử, có công thức chung (1). Polyme chứa flopolyete này có thể được sử dụng dưới dạng một mình hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyme.



Trong bản mô tả này, R_f là gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai, v độc lập là nhóm có hoá trị một có nhóm silyl chứa hydroxy hoặc nhóm silyl dễ thủy

phân ở cuối mạch, mà không phải là nhóm phân cực khác bất kỳ ngoài nhóm silyl chứa hydroxy và nhóm silyl dễ thủy phân, và α bằng 1 hoặc 2.

[0013]

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “khoảng (giá trị)” là giá trị số (giá trị gần đúng) nhận được bằng cách tính các phân đoạn trên 1/2 là một và bỏ qua phần còn lại, và khi số thấp nhất của các giá trị số được mô tả là khác “0”, bao gồm khoảng giá trị số trong đó giá trị số được mô tả đạt được bằng cách tính các phân đoạn của số dưới số thấp nhất trên 1/2 là một và bỏ qua phần còn lại. Ví dụ, “khoảng 3 giá trị tương đương (*đương lượng*)” áp dụng cho khoảng từ 2,5 đương lượng đến 3,4 đương lượng, và “khoảng 0,02 đương lượng” áp dụng cho khoảng từ 0,015 tương đương với 0,024 đương lượng. Khi số thấp nhất của các giá trị số được mô tả bằng “0”, thuật ngữ “khoảng (giá trị)” bao gồm khoảng giá trị số trong đó giá trị số được mô tả đạt được bằng cách tính các phân đoạn của số thấp nhất trên 1/2 là một và bỏ qua phần còn lại. Ví dụ, “khoảng 50°C” áp dụng cho khoảng từ 45°C đến 54°C, và “khoảng 200 đến 350 phần khối lượng” áp dụng cho khoảng từ 195 phần khối lượng đến 354 phần khối lượng.

[0014]

Polyme chứa flopolyete của sáng chế có cấu trúc, mà flooxyalkyl hoá trị một hoặc nhóm flooxyalkylen hoá trị 2 (tức là, gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai) và nhóm silyl dễ thủy phân, như alkoxysilyl hoặc nhóm silyl chứa hydroxy liên kết thông qua nhóm liên kết không có nhóm phân cực, và có ít nhất hai nhóm silyl dễ bị thủy phân, như alkoxysilyl hoặc các nhóm silyl chứa hydroxy trong phân tử, nhưng không có các nhóm phân cực bất kỳ (đặc biệt là các nhóm hydroxy) khác ngoài các nhóm silyl dễ bị thủy phân và các nhóm silyl chứa hydroxy trong phân tử. Nhờ cấu trúc này, polyme được cải thiện về độ bám dính vào mặt nền và khả năng thấm ướt và thể hiện khả năng chống thấm nước/dầu, độ bền mài mòn với sợi thép, và trượt nước tuyệt vời.

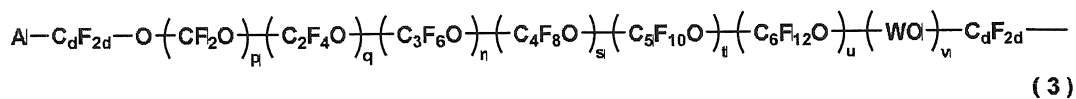
[0015]

Trong công thức (1), Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai, gốc polyme này tốt hơn là nhóm flopolyete hoá trị một có công thức chung (3) dưới đây khi α bằng 1 (tức là, Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một),

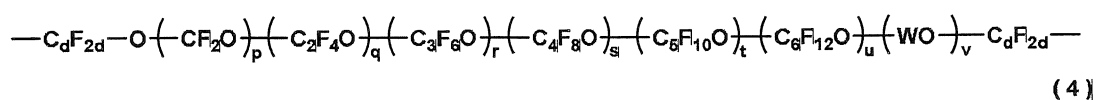
hoặc nhóm flopolyete hoá trị 2 có công thức chung (4) dưới đây khi α bằng 2 (tức là, Rf gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị 2).

[0016]

[Công thức 8]



[Công thức 9]



Trong bản mô tả này, A là flo, hydro, nhóm floalkyl hoặc nhóm floalkyl chứa ít nhất một nguyên tử hydro, W là nhóm C₁-C₆ floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, mỗi d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, mỗi p, q, r, s, t, u và v là số nguyên từ 0 đến 200, p+q+r+s+t+u+v nằm trong khoảng từ 3 đến 200, mỗi đơn vị liên quan đến p, q, r, s, t, u và v có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p, q, r, s, t, u và v có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên.

[0017]

Trong công thức (3), A là flo, hydro, nhóm floalkyl hoặc nhóm floalkyl chứa ít nhất một nguyên tử hydro. Nhóm floalkyl hoặc nhóm floalkyl chứa ít nhất một nguyên tử hydro tốt hơn là từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, và các Ví dụ về các nhóm đó bao gồm các nhóm -CF₃, -CF₂CF₃, và -CF₂CF₂CF₃, và các nhóm trên đây, trong đó một hoặc hai nguyên tử flo được thế bằng hydro. A tốt hơn là flo.

[0018]

Trong các công thức (3) và (4), W là nhóm C₁-C₆ floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, ví dụ về các nhóm này bao gồm các nhóm perfloalkylen, như CF₂, C₂F₄, C₃F₆, C₄F₈, C₅F₁₀ và C₆F₁₂ đơn vị trong đó một hoặc hai nguyên tử flo được thế bằng hydro.

[0019]

Trong các công thức (3) và (4), d, đối với mỗi đơn vị, độc lập là số nguyên từ 1 đến 3, tốt hơn là bằng 1 hoặc 2.

Ngoài ra, mỗi p, q, r, s, t, u và v là số nguyên từ 0 đến 200, tốt hơn là p là số nguyên từ 5 đến 100, q là số nguyên từ 5 đến 100, r là số nguyên từ 0 đến 100, s là số nguyên từ 0 đến 100, t là số nguyên từ 0 đến 100, u là số nguyên từ 0 đến 100, v là số nguyên từ 0 đến 100, $p+q+r+s+t+u+v$ nằm trong khoảng từ 3 đến 200, tốt hơn từ 10 đến 105, tốt hơn nữa nếu $p+q$ là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 105, đặc biệt từ 15 đến 60, và $R=s=t=u=v=0$. Khi $p+q+r+s+t+u+v$ không lớn hơn giới hạn trên, sự bám dính và khả năng đóng rắn được thỏa mãn, và khi tổng này không thấp hơn giới hạn dưới, các đặc tính của nhóm flopolyete được thể hiện hoàn toàn.

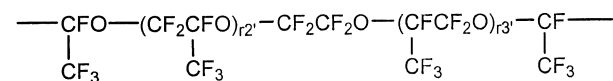
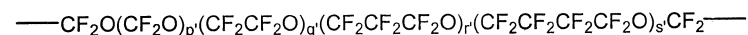
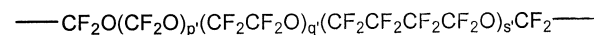
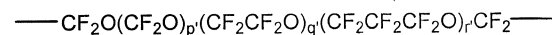
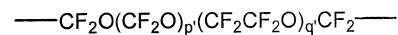
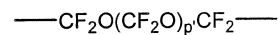
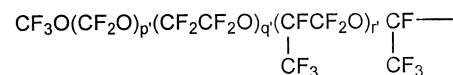
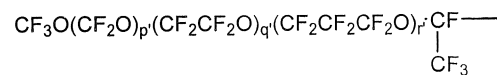
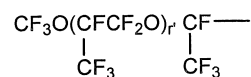
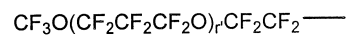
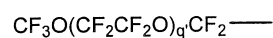
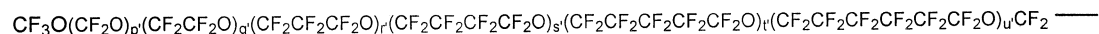
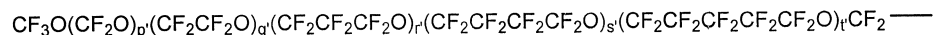
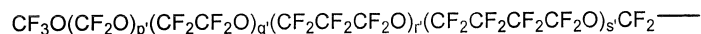
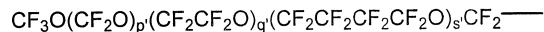
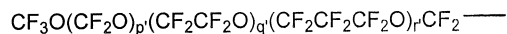
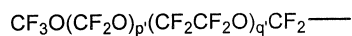
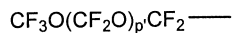
[0020]

Trong các công thức (3) và (4), mỗi đơn vị có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh. Ngoài ra, đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p, q, r, s, t, u và v có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên.

[0021]

Ví dụ về Rf được thể hiện dưới đây.

[Công thức 10]



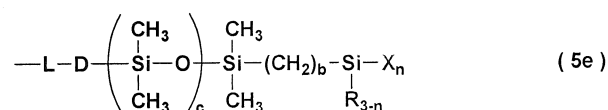
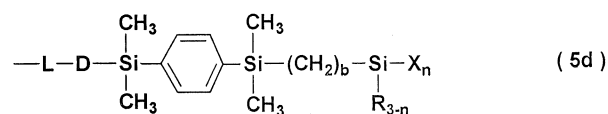
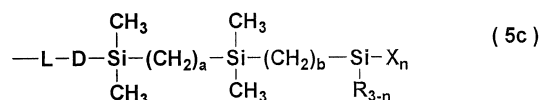
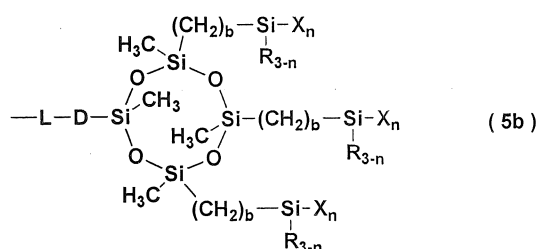
Trong bản mô tả này, mỗi p' , q' , r' , s' , t' , và u' là số nguyên, nhỏ nhất là bằng 1, giới hạn trên của chúng giống như giới hạn trên của p , q , r , s , t , và u , và tổng của p' , q' , r' , s' , t' , và u' nằm trong khoảng từ 3 đến 200; mỗi $r2'$ và $r3'$ là số nguyên nhỏ nhất là bằng 1, và tổng của $r2'$ và $r3'$ bằng từ 2 đến 199. Ngoài ra, từng đơn vị

lập lại trong các dấu ngoặc đơn với p' , q' , r' , s' , t' , và u' có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên.

[0022]

Trong công thức (1), v độc lập là nhóm có hoá trị một có nhóm silyl chứa hydroxy hoặc nhóm silyl dễ thủy phân ở cuối mạch, mà không phải là nhóm phân cực khác bất kỳ ngoài nhóm silyl chứa hydroxy và nhóm silyl dễ thủy phân, tốt hơn là nhóm có hoá trị một bao gồm nhóm silyl kết thúc chứa hydroxy hoặc nhóm silyl kết thúc dễ thủy phân và nhóm với gốc tự do phân cực để liên kết nhóm silyl đến nhóm CH, tốt hơn nữa là nhóm hữu cơ hoá trị một có nhiều nhóm hydroxy liên kết silic, hoặc dễ bị thủy phân các nhóm được tích hợp ở cuối. Ví dụ về V là các nhóm có các công thức từ (5a) đến (5e) sau đây.

[Công thức 11]



Trong bản mô tả này, L là liên kết đơn hoặc nguyên tử khác loại hoá trị 2, D là nhóm hữu cơ hoá trị 2 C₁-C₂₀ có thể được flo hóa, mỗi R độc lập là nhóm alkyl C₁-C₄ hoặc nhóm phenyl, mỗi X độc lập nhóm hydroxy hoặc dễ bị thủy phân nhóm, n

là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, “a” là số nguyên từ 2 đến 6, b độc lập là số nguyên từ 2 đến 8, và c là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 50.

[0023]

Trong các công thức từ (5a) đến (5e), L là liên kết đơn hoặc nguyên tử khác loại hoá trị 2. Ví dụ về nguyên tử khác loại hoá trị 2 là oxy, nitơ và lưu huỳnh. Điều mong muốn là hai V có liên kết cacbon trong công thức (1), một L là liên kết đơn và L khác là nguyên tử khác loại hoá trị 2.

[0024]

Trong các công thức từ (5a) đến (5e), D là nhóm hữu cơ hoá trị 2 C₁-C₂₀, tốt hơn là C₂-C₈ có thể được flo hóa, mong muốn là C₁-C₂₀, mong muốn hơn là C₂-C₈ nhóm hydrocacbon hoá trị 2 có thể được flo hóa. Ví dụ về nhóm hydrocacbon hoá trị 2 bao gồm các nhóm alkylen, như metylen, etylen, propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, metylpropylen), hexametylen, và octametylen, các nhóm arylen, như phenylen, hoặc các kết hợp của ít nhất hai nhóm trên đây (ví dụ các nhóm alkylen-arylen), và các dạng được thể của các nhóm trên trong đó một số hoặc tất cả các nguyên tử hydro được thế bằng các nguyên tử flo. D tốt hơn là etylen, propylen, butylen, hexametylen hoặc phenylen.

[0025]

Trong các công thức từ (5a) đến (5e), R là nhóm alkyl C₁-C₄, như metyl, etyl, propyl hoặc butyl, hoặc nhóm phenyl. Trong các nhóm này, metyl được ưu tiên.

Mỗi X độc lập là nhóm hydroxy hoặc nhóm dễ thủy phân. Các nhóm X làm ví dụ bao gồm hydroxy, các nhóm alkoxy C₁-C₁₀, như metoxy, etoxy, propoxy, isopropoxy, và butoxy, các nhóm alkoxylalkoxy C₂-C₁₀, như metoxymetoxy và metoxyetoxy, các nhóm axyloxy C₁-C₁₀, như axetoxi, các nhóm alkenyloxy C₂-C₁₀, như isopropenoxi, và các nhóm halogen, như clo, brom hoặc iodo. Trong các nhóm này, metoxy, etoxy, isopropenoxi và clo được ưu tiên.

[0026]

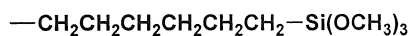
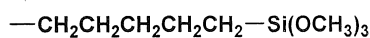
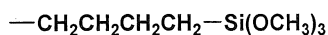
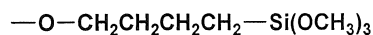
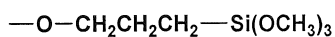
Trong các công thức từ (5a) đến (5e), n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, tốt hơn là 2 hoặc 3, và n tốt nhất là 3 - từ góc độ khả năng phản ứng và mặt nền sự bám dính. Chỉ số dưới “a” là số nguyên từ 2 đến 6, tốt hơn là từ 2 đến 4, b

độc lập là số nguyên từ 2 đến 8, tốt hơn là từ 2 đến 4, và c là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 50, tốt hơn từ 1 đến 9.

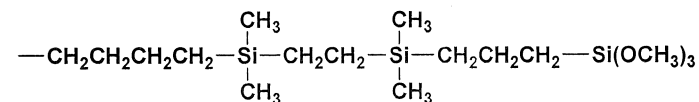
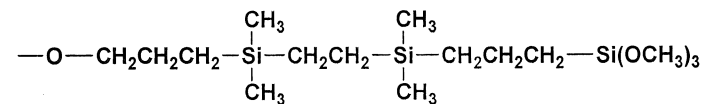
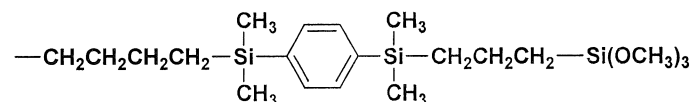
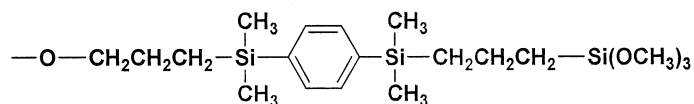
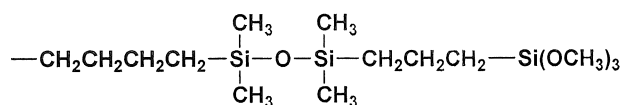
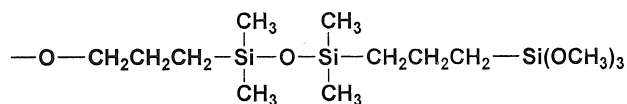
[0027]

Ví dụ về V được thể hiện dưới đây.

[Công thức 12]



[Công thức 13]



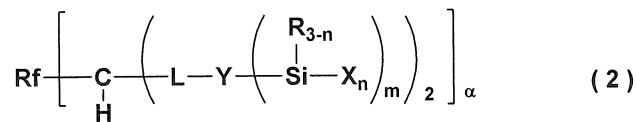
[0028]

Trong công thức (1), α bằng 1 hoặc 2, tốt hơn là bằng 1.

[0029]

Tốt hơn nữa nếu, polyme chứa flopolyete có công thức chung (2):

[Công thức 14]



trong đó Rf, L, R, X, n và α là như được xác định trên đây, mỗi Y độc lập là nhóm hydrocacbon có hóa trị từ 2 đến 6 có thể chứa nguyên tử silic và/hoặc liên kết siloxan, và m là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5.

[0030]

Trong công thức (2), mỗi L độc lập là liên kết đơn hoặc nguyên tử khác loại hoá trị 2 như được đề cập trên đây. Ví dụ về nguyên tử khác loại hoá trị 2 là oxy, nitơ và lưu huỳnh. Về hai L ở mỗi đầu của mạch phân tử (tức là, hai L ở một đầu của mạch phân tử trong trường hợp $\alpha=1$, và hai L tại mỗi đầu trong hai đầu của mạch phân tử (bốn L cho một phân tử) trong trường hợp $\alpha=2$), điều mong muốn là ở mỗi đầu của mạch phân tử, một L là oxy và L còn lại là liên kết đơn.

[0031]

Trong công thức (2), mỗi Y độc lập là hóa trị 2 đến 6, tốt hơn là có hóa trị từ 2 đến 4, tốt nhất là nhóm hydrocacbon hoá trị 2 có thể chứa nguyên tử silic và/hoặc liên kết siloxan. Vì nhóm phân cực đã được loại trừ khỏi Y, nên có được màng phủ với độ trượt nước thỏa mãn.

[0032]

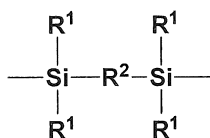
Đặc biệt, Y là các nhóm C₃-C₁₀ alkylen, như propylen, butylen hoặc hexametylen, nhóm alkylen chứa C₆-C₈ arylen như phenylen (ví dụ các nhóm alkylen-arylen từ 8 đến 16 nguyên tử cacbon), nhóm có hoá trị 2 có các gốc alkylen liên kết thông qua cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen, hoặc nhóm có hóa trị từ 2 đến 6 có gốc C₂-C₁₀ alkylen được liên kết với liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng có từ 2 đến 10 nguyên tử silic với hóa trị từ 2 đến 6, tốt hơn là 2 đến 5 nguyên tử silic; tốt hơn là nhóm C₃-C₁₀ alkylen, nhóm

alkylen chứa phenylen, nhóm có hoá trị 2 có các gốc alkylen liên kết thông qua cấu trúc silalkylen hoặc silarylen, nhóm hóa trị từ 2 đến 4 có gốc C₂-C₁₀ alkylen được liên kết với liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng 2 đến 10 nguyên tử silic có hóa trị từ 2 đến 4, hoặc nhóm hóa trị từ 2 đến 4 có gốc C₂-C₁₀ alkylen được liên kết với liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng có hóa trị từ 2 đến 4 có 3 đến 10 nguyên tử silic; tốt nhất là C₃-C₆ nhóm alkylen.

[0033]

Silalkylen hoặc cấu trúc silarylen ví dụ về bằng cấu trúc sau đây.

[Công thức 15]

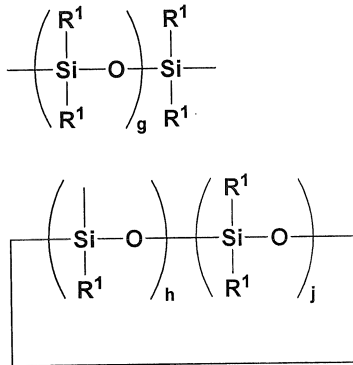


Trong bản mô tả này r1 có thể là giống nhau hoặc khác nhau, là nhóm alkyl C₁-C₄, như metyl, etyl, propyl hoặc butyl, hoặc nhóm aryl C₆-C₁₀, như phenyl. R² là C₁-C₄ nhóm alkylen, như metylen, etylen, hoặc propylen (trimetylen, metyletylen), hoặc nhóm arylen C₆-C₁₀, như phenylen.

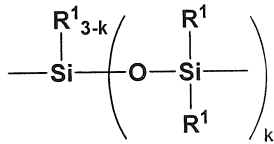
[0034]

Ví dụ về gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng, mạch nhánh hoặc mạch vòng từ 2 đến 10 nguyên tử silic có hóa trị từ 2 đến 6, tốt hơn là từ 2 đến 5 nguyên tử silic được thể hiện dưới đây.

[Công thức 16]



[Công thức 17]

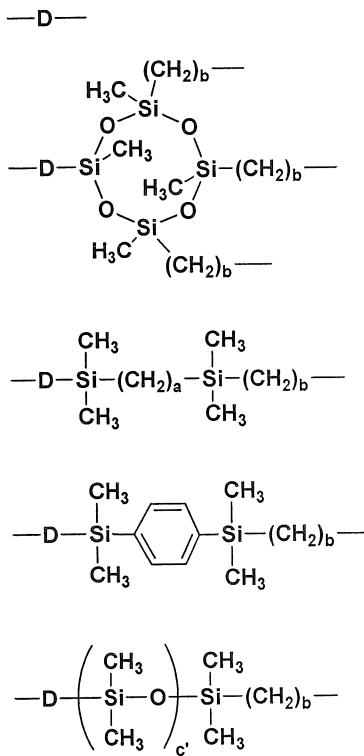


Trong bản mô tả này r1 là như được xác định trên đây, g là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 9, tốt hơn từ 1 đến 4, h là số nguyên từ 2 đến 6, tốt hơn là từ 2 đến 4, j là số nguyên từ 0 đến 8, tốt hơn là 0 hoặc 1, h+j là số nguyên từ 3 đến 10, tốt hơn là 3 đến 5, và k là số nguyên từ 1 đến 3, tốt hơn là 2 hoặc 3.

[0035]

Ví dụ về Y là các nhóm như được thể hiện dưới đây.

[Công thức 18]

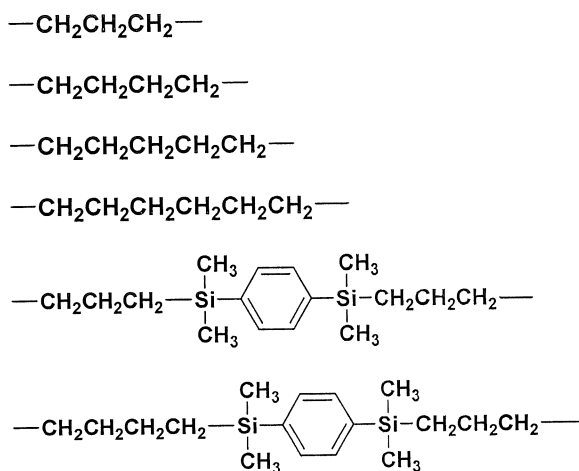


Trong bản mô tả này D, và b là như được xác định trên đây, và c' là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 9.

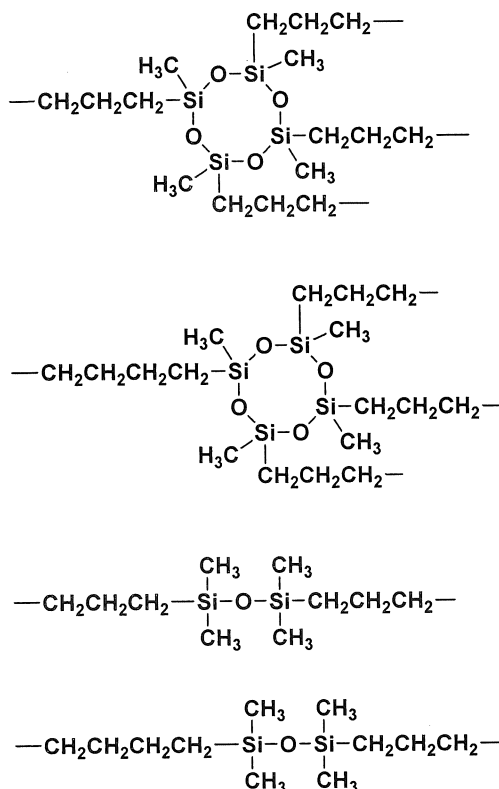
[0036]

Ví dụ minh họa về Y bao gồm các nhóm sau.

[Công thức 19]



[Công thức 20]



[0037]

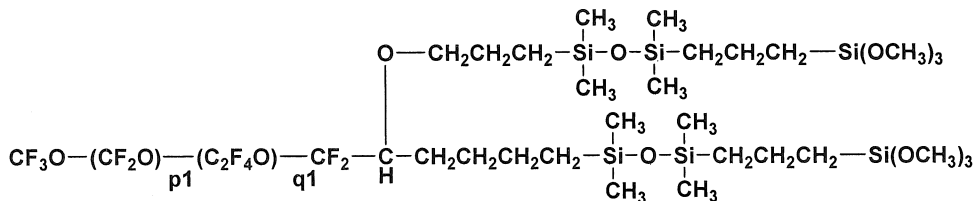
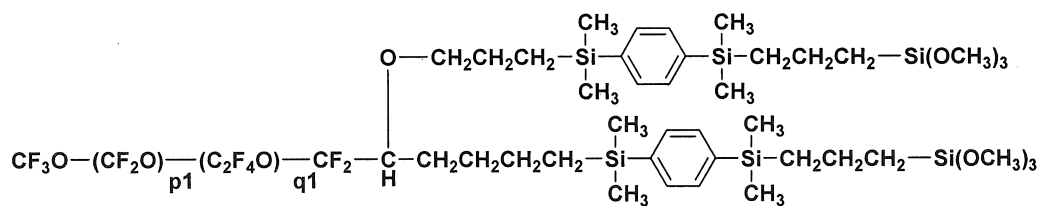
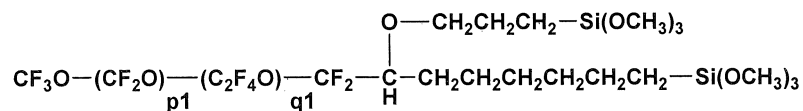
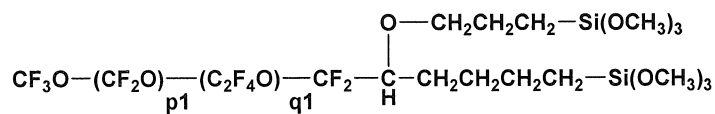
Trong công thức (2), m là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5. Nếu m nhỏ hơn 1, độ bám dính vào mặt nền thấp. Nếu m bằng 6 hoặc hơn, giá trị alkoxy cuối trở nên quá lớn và tác động bất lợi đến tính năng. Tốt hơn là m là số nguyên từ 1 đến 3, tốt nhất là bằng 1.

[0038]

Ví dụ về polyme chứa flopolyete có công thức (2) bao gồm các polyme có công thức sau đây. Trong mỗi công thức, số lần lặp lại (hay mức độ polyme hoá/ mức độ trùng hợp) của đơn vị lặp lại (số đơn vị lặp lại) tạo thành nhóm flooxyalkyl hoặc nhóm flooxyalkylen (gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai) được nêu dưới đây, mặc dù nó có thể là số tùy ý thỏa mãn các công thức (3) và (4) trên đây.

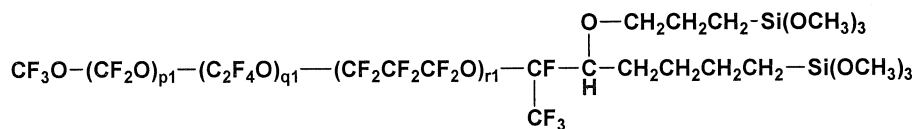
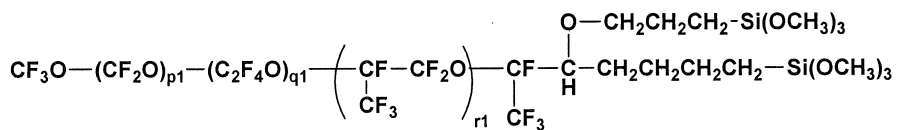
[0039]

[Công thức 21]



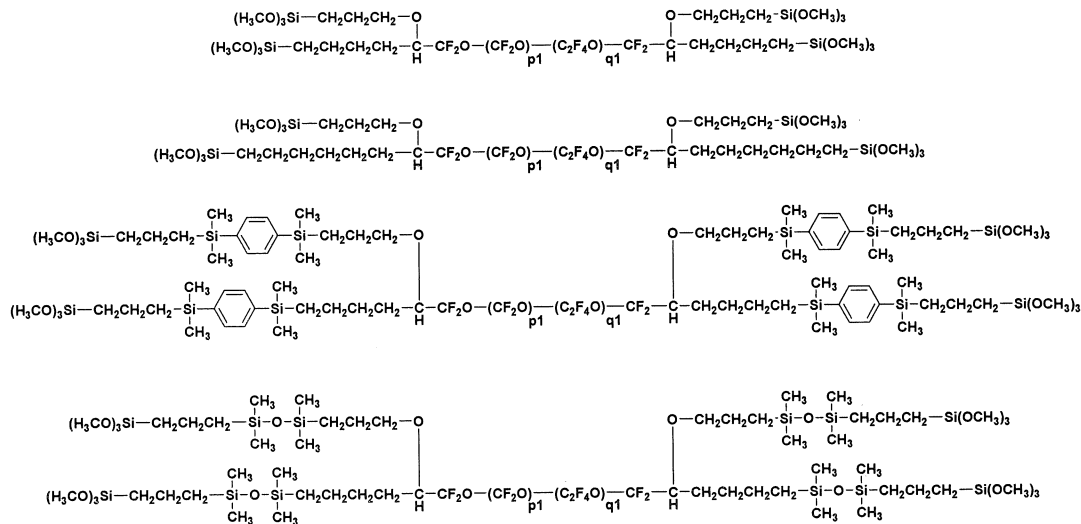
[0040]

[Công thức 22]



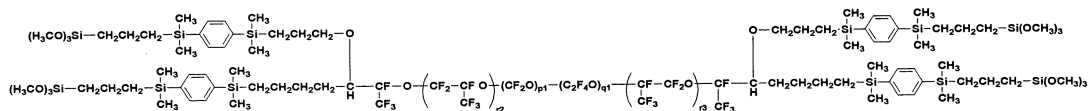
[0041]

[Công thức 23]



[0042]

[Công thức 24]



Trong bản mô tả này p1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 100, q1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 100, r1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 100, r2 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 99, r3 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 99, tổng của p1, q1, r1, r2 và R3 (ví dụ p1+q1, p1+q1+r1, hoặc p1+q1+r2+r3) là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110. Đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p1, q1, r1, r2, và R3 có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên.

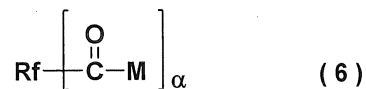
[0043]

Polyme chứa flopolyete có công thức (2) trong đó $\alpha=1$ (tức là, Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một) hoặc $\alpha=2$ (tức là, Rf gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị 2) có thể được điều chế, ví dụ, bằng phương pháp sau đây.

[0044]

Trước tiên, polyme chứa flopolyete có carbonyl nhóm ở cuối, có công thức chung (6):

[Công thức 25]



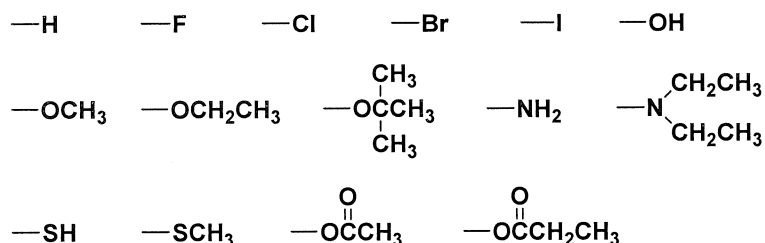
trong đó Rf và α là như được xác định trên đây, và M là nhóm hóa trị 1 có thể loại bỏ, được cho phản ứng với chất phản ứng kim loại hữu cơ (*hợp chất cơ kim*) có liên kết đôi không bão hoà béo (vị trí olefin) ở cuối và β -hydro (tức là, nguyên tử hydro liên kết với nguyên tử cacbon tại vị trí β so với kim loại nguyên tử), tốt hơn là với sự có mặt của dung môi.

[0045]

Trong công thức (6), m là nhóm hóa trị 1 có thể loại bỏ, ví dụ, hydro, halogen, hydroxy, alkoxy, amino, alkylamino, thiol, alkylthio hoặc axyl nhóm.

Ví dụ về M là các nhóm được nêu dưới đây.

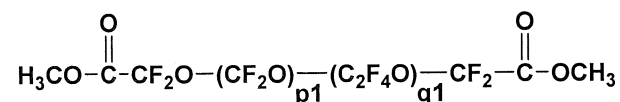
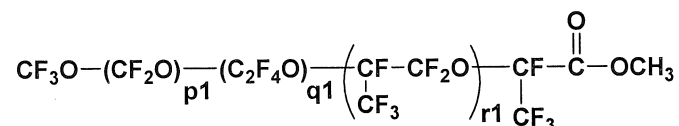
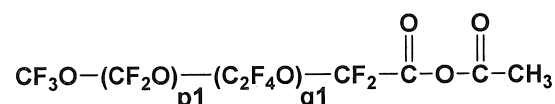
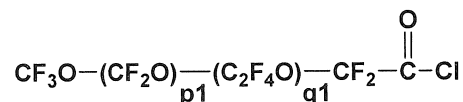
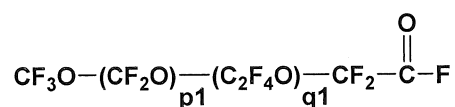
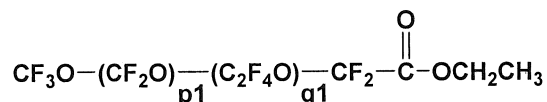
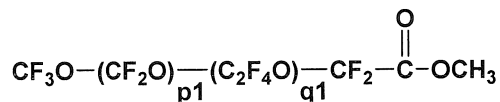
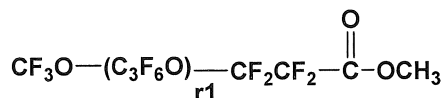
[Công thức 26]



[0046]

Ví dụ về polyme chứa flopolyete có carbonyl nhóm ở cuối, có công thức (6) được thể hiện dưới đây. Đáng chú ý, trong mỗi công thức, số lần lặp lại của đơn vị lặp lại tạo thành nhóm flooxyalkyl hoặc nhóm flooxyalkylen (gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai) được nêu dưới đây, mặc dù nó có thể là số tùy ý thỏa mãn trên đây các công thức (3) và (4).

[Công thức 27]

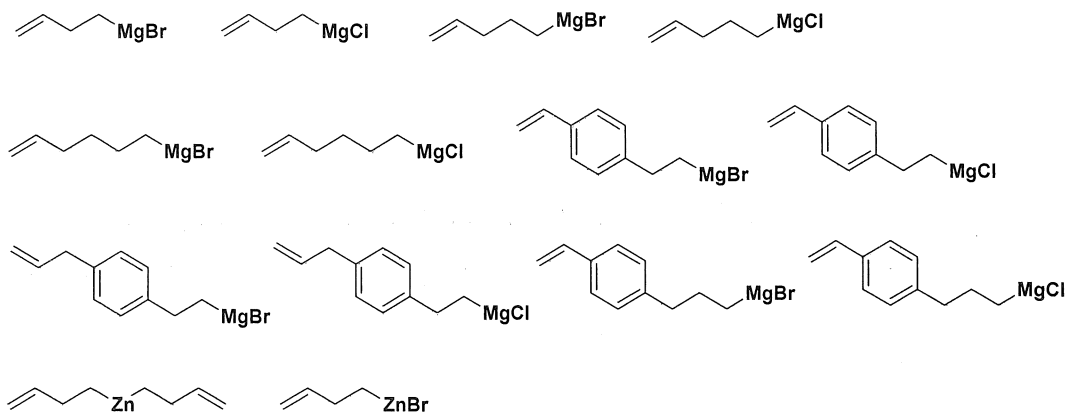


Trong bản mô tả này p1, q1 và r1 là như được xác định trên đây, và tổng của p1, q1 và r1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110. Đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p1, q1, và r1 có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên. [0047]

Ví dụ minh họa về chất phản ứng kim loại hữu cơ có liên kết đôi không bão hoà béo ở cuối và β-hydro là các chất phản ứng liti hữu cơ, các chất phản ứng Grignard, các chất phản ứng kẽm hữu cơ, các chất phản ứng bo hữu cơ, và các chất phản ứng thiếc hữu cơ. Trong các nhóm này, các chất phản ứng Grignard và các

chất phản ứng kẽm hữu cơ được ưu tiên vì dễ xử lý. Các hợp chất sau đây tốt hơn được sử dụng làm chất phản ứng cơ kim.

[Công thức 28]



[0048]

Lượng chất phản ứng kim loại hữu cơ có liên kết đôi không bão hoà béo ở cuối và β -hydro tốt hơn là từ 2 đến 5 đương lượng, tốt hơn nữa nếu từ 2,5 đến 3,5 đương lượng, tốt nhất là khoảng 3 đương lượng cho mỗi đương lượng nhóm cuối hoạt động (eliminatable nhóm có hoá trị một) trong polyme chứa flopolyete có carbonyl nhóm ở cuối, có công thức (6).

[0049]

Dung môi có thể được sử dụng trong phản ứng polyme chứa flopolyete có carbonyl nhóm ở cuối, có công thức (6) với chất phản ứng kim loại hữu cơ có liên kết đôi không bão hoà béo ở cuối và β -hydro. Mặc dù dung môi được sử dụng Trong bản mô tả này không bị giới hạn một cách đặc biệt, dung môi flo hóa tốt hơn được sử dụng vì chất phản ứng là flo hợp chất. Các dung môi flo hóa thích hợp bao gồm 1,3-bistriflometylbenzen, triflometylbenzen, các dung môi perflo (Asahiklin AC-2000, Asahiklin AC-6000) do AGC Inc. đưa ra thị trường, các dung môi hydrofloete (HFE) (NOVEC 7100: $C_4F_9OCH_3$, NOVEC 7200: $C_4F_9OC_2H_5$, NOVEC 7300: $C_2F_5-CF(OCH_3)-CF(CF_3)_2$) do 3M đưa ra thị trường, và các dung môi perflo (PF5080, PF5070, PF5060) do 3M đưa ra thị trường. Các dung môi flo hóa có thể được sử dụng dưới dạng một mình hoặc hỗn hợp.

Ngoài dung môi floro hóa, dung môi hữu cơ cũng có thể được sử dụng làm dung môi. Các dung môi ete, như tetrahydrofuran (THF), monoetylen glycol dimetyl ete, dietylen glycol dimetyl ete, trietylen glycol dimetyl ete, tetraetylen glycol dimetyl ete, và đioxan có thể được sử dụng làm dung môi hữu cơ. Dung môi hữu cơ có thể được sử dụng dưới dạng một mình hoặc hỗn hợp với dung môi floro hóa.

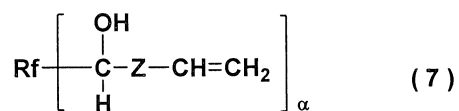
Lượng dung môi được sử dụng là từ 10 đến 600 phần khối lượng, tốt hơn là từ 50 đến 400 phần khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 200 đến 350 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng polyme chứa flopolyete có carbonyl nhóm ở cuối, có công thức (6).

[0050]

Các điều kiện cho phản ứng polyme chứa flopolyete có carbonyl nhóm ở cuối, có công thức (6) với chất phản ứng kim loại hữu cơ có liên kết đôi không bão hoà béo ở cuối và β -hydro bao gồm: nhiệt độ từ 0 đến 80°C, tốt hơn là từ 45 đến 70°C, tốt hơn nữa nếu khoảng 50°C và thời gian từ 1 đến 12 giờ, tốt hơn là từ 5 đến 7 giờ.

Sau khi phản ứng được thực hiện dưới các điều kiện trên đây, phản ứng được dừng lại, và dung dịch được phân tách ra thành các nước lớp và lớp dung môi floro hóa nhờ quá trình phân tách. Lớp dung môi floro hóa được rửa bằng dung môi hữu cơ, sau đó, dung môi được chưng cất, thu được polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức sau (7).

[Công thức 29]



Trong bản mô tả này Rf và α là như được xác định trên đây, và Z độc lập là nhóm hydrocacbon hoá trị 2 có thể chứa nguyên tử silic và/hoặc liên kết siloxan.

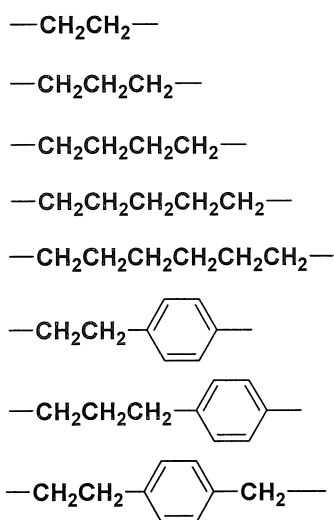
[0051]

Trong công thức (7), Z độc lập là nhóm hydrocacbon hoá trị 2, tốt hơn là từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu từ 2 đến 12 nguyên tử cacbon. Các ví dụ của chúng bao gồm C₁-C₈ các nhóm alkylen, như metylen, etylen, propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, metylpropylen), hexametylen, và octametylen, và các nhóm alkylen chứa nhóm C₆-C₈ arylen, như phenylen (ví dụ các nhóm C₇-C₈ alkylen-arylen). Z tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng C₁-C₄.

[0052]

Ví dụ về Z bao gồm các nhóm được nêu dưới đây.

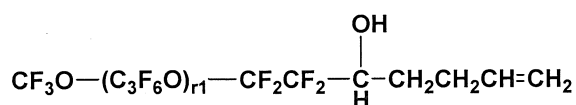
[Công thức 30]



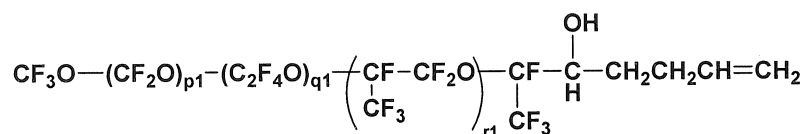
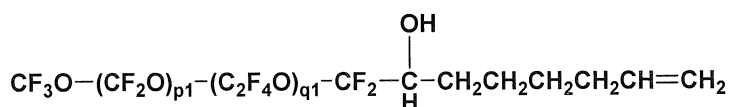
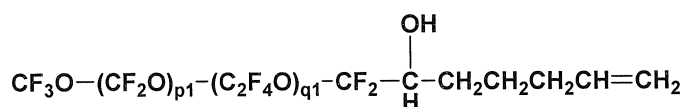
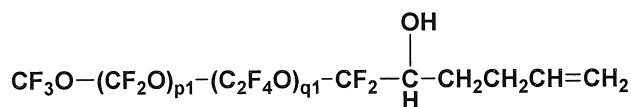
[0053]

Ví dụ về polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (7), được thể hiện dưới đây. Đáng chú ý, trong mỗi công thức, số lần lặp lại của đơn vị lặp lại tạo thành nhóm flooxyalkyl hoặc nhóm flooxyalkylen (gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai) được nêu dưới đây, mặc dù nó có thể là số tùy ý thỏa mãn trên đây các công thức (3) và (4).

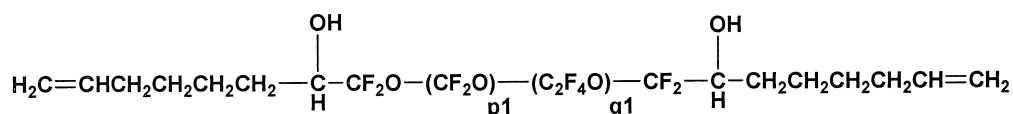
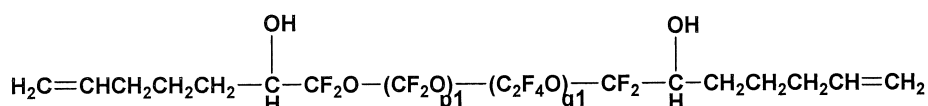
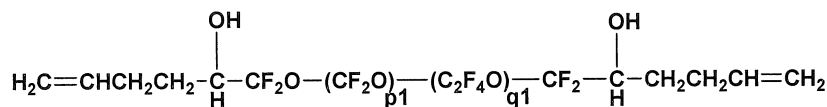
[Công thức 31]



[Công thức 32]



[Công thức 33]



Trong bản mô tả này p1, q1 và r1 là như được xác định trên đây, và tổng của p1, q1 và r1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110. Đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p1, q1, và r1 có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên.

[0054]

Tiếp theo, polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (7), và tác nhân đưa olefin vào được giả hóa với sự có mặt của bazơ ở nhiệt độ từ 0 đến 90°C, tốt hơn là từ 40 đến 60°C, tốt hơn nữa nếu ở nhiệt độ khoảng 50°C trong thời gian từ 1 đến 48 giờ, tốt hơn là từ 10 đến 40 giờ, tốt hơn nữa nếu trong thời gian khoảng 24 giờ, tùy ý cùng với phụ gia để tăng cường khả năng phản ứng và dung môi.

[0055]

Tác nhân đưa olefin vào để phản ứng với polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (7), ví dụ là, các halogenua có thể được sử dụng. Các halogenua thích hợp bao gồm allyl bromua, allyl clorua, và 3-butenyl bromua.

Lượng tác nhân đưa olefin vào được sử dụng tốt hơn là từ 1 đến 15 đương lượng, tốt hơn nữa nếu là từ 3 đến 6 đương lượng, tốt nhất là khoảng 4 đương lượng cho mỗi đương lượng nhóm cuối hoạt động (nhóm hydroxy) trong polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (7).

[0056]

Ví dụ về bazơ được sử dụng trong phản ứng polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (7), với tác nhân đưa olefin vào bao gồm các amin và các bazơ kim loại kiềm. Ví dụ về các amin bao gồm trietylamin, diisopropyletylamin, pyridin, DBU, và imidazol. Ví dụ về các bazơ kim loại kiềm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, natri hydrua, kali hydrua, alkylliti, t-butoxykali, lithi diisopropylamit, lithi bis(trimetylsilyl)amit, natri bis(trimetylsilyl)amit, và kali bis(trimetylsilyl)amit.

Lượng bazơ được sử dụng là từ 1 đến 20 đương lượng, tốt hơn nữa nếu từ 4 đến 8 đương lượng, tốt nhất là khoảng 6 đương lượng cho mỗi đương lượng nhóm cuối hoạt động (nhóm hydroxy) trong polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (7).

[0057]

Để polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (7), phản ứng với tác nhân đưa olefin vào, phụ gia để tăng cường khả năng phản ứng, như tetrabutylamoni halogenua hoặc halogenua kim loại kiềm có thể được sử dụng. Ví dụ về các chất phụ gia bao gồm tetrabutylamoni clorua, tetrabutylamoni bromua, tetrabutylamoni iodua, tetrabutylamoni hydro sulfat, natri iodua, kali iodua, xesi iodua, và các ete dạng vương miện. Trong hệ phản ứng, sự trao đổi halogen xúc tác xảy ra giữa chất phụ gia và tác nhân đưa olefin vào để tăng cường khả năng phản ứng, trong đó ete vòng kết hợp với kim loại để tăng cường khả năng phản ứng.

Lượng chất phụ gia được sử dụng là từ 0,005 đến 0,1 đương lượng, tốt hơn nữa nếu từ 0,01 đến 0,05 đương lượng, tốt nhất là khoảng 0,02 đương lượng cho mỗi đương lượng nhóm cuối hoạt động (nhóm hydroxy) trong polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (7).

[0058]

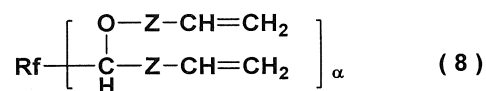
Dung môi có thể được sử dụng trong phản ứng polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (7), với tác nhân đưa olefin vào. Mặc dù dung môi không phải là thiết yếu, dung môi flo hóa thường được sử dụng làm dung môi. Các dung môi flo hóa thích hợp bao gồm các dung môi hydrocacbon thơm flo hóa, như 1,3-bis(triflometyl)benzen và triflometylbenzen, các dung môi hydrofloete (HFE) (tên thương mại là các dòng Novec do 3M cung cấp), như 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decaflo-3-metoxi-2-(triflometyl)pentan, và các dung môi perflo bao gồm các hợp chất flo hóa hoàn toàn (tên thương mại là các dòng Fluorinert do 3M cung cấp). các dung môi hữu cơ có thể cũng được sử dụng, ví dụ, dimetylforamit, dimetylaxetamit, dimetyl sulfoxit, axetonitril, và THF.

Lượng dung môi được sử dụng là từ 10 đến 300 phần khối lượng, tốt hơn là từ 30 đến 150 phần khối lượng, tốt hơn nữa nếu là khoảng 50 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (7).

[0059]

Phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (7) với tác nhân đưa olefin vào sinh ra polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức sau (8).

[Công thức 34]

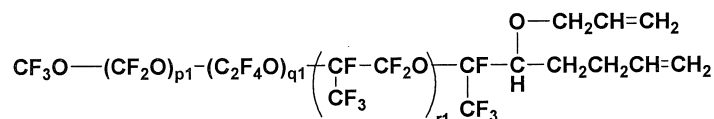
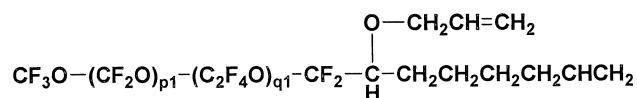
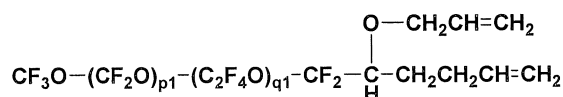
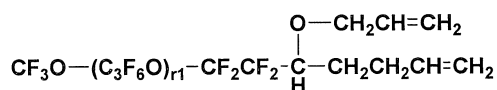


Trong bản mô tả này Rf, Z và α là như được xác định trên đây.

[0060]

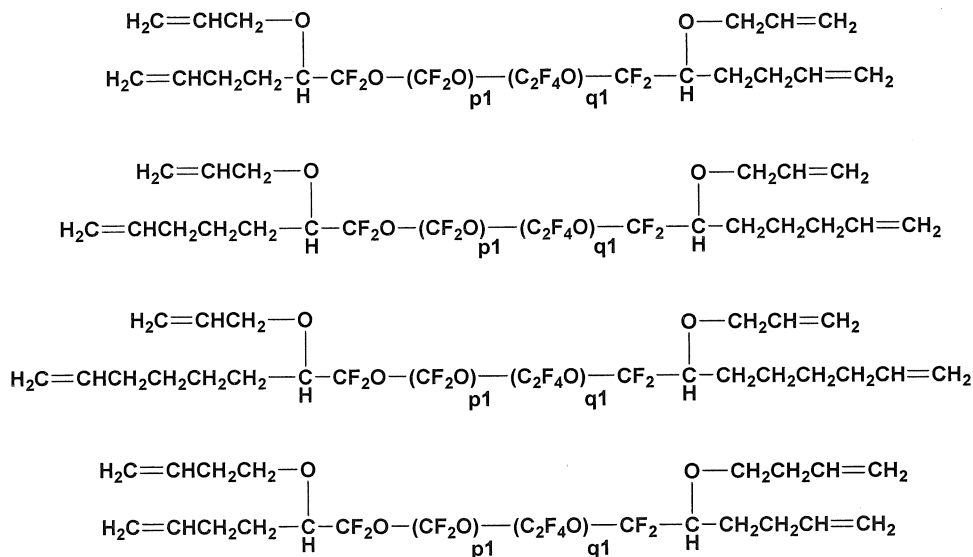
Ví dụ ưu tiên về polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (8) được thể hiện dưới đây. Đáng chú ý, trong mỗi công thức, số lần lặp lại của đơn vị lặp lại tạo thành nhóm flooxyalkyl hoặc nhóm flooxyalkylen (gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai) được nêu dưới đây, mặc dù nó có thể là số tùy ý thỏa mãn trên đây các công thức (3) và (4).

[Công thức 35]



[0061]

[Công thức 36]



Trong bản mô tả này p1, q1 và r1 là như được xác định trên đây, và tổng của p1, q1 và r1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110. Đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p1, q1, và r1 có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên.

[0062]

Tiếp theo, polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (8) được hòa tan trong dung môi, như dung môi flo hóa, thường là 1,3-bis(triflometyl)benzen. Hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử, như trimetoxysilan được trộn cùng vào đó. Hỗn hợp được già hóa với sự có mặt của chất xúc tác hydrosilyl hoá, ví dụ, phức chất axit cloplatinic/vinyl siloxan trong toluen, ở nhiệt độ từ 40 đến 120°C, tốt hơn là từ 60 đến 100°C, tốt hơn nữa nếu ở khoảng 80°C trong thời gian từ 1 đến 72 giờ, tốt hơn là từ 20 đến 36 giờ, tốt hơn nữa nếu khoảng 24 giờ. Thu được polyme chứa flopolyete có công thức (2).

[0063]

Một phương pháp khác để điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (2) là, ví dụ, phương pháp được nêu dưới đây.

Polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (8) được hòa tan trong dung môi, như dung môi flo hóa, thông thường 1,3-

bis(triflometyl)benzen. Hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và dễ bị thủy phân nhóm cuối (halogen) trong phân tử, như triclosilan được trộn cùng vào đó. Hỗn hợp được già hóa với sự có mặt của chất xúc tác hydrosilyl hoá, ví dụ, phức chất axit cloplatinic/vinyl siloxan trong toluen, ở nhiệt độ từ 40 đến 120°C, tốt hơn là từ 60 đến 100°C, tốt hơn nữa nếu ở khoảng 80°C trong thời gian từ 1 đến 72 giờ, tốt hơn là từ 20 đến 36 giờ, tốt hơn nữa nếu trong thời gian khoảng 24 giờ. Đã nhận thấy rằng sau khi già hóa, phần tử thế (halogen) trên nhóm silyl có thể được chuyển hóa thành, ví dụ, nhóm metoxy.

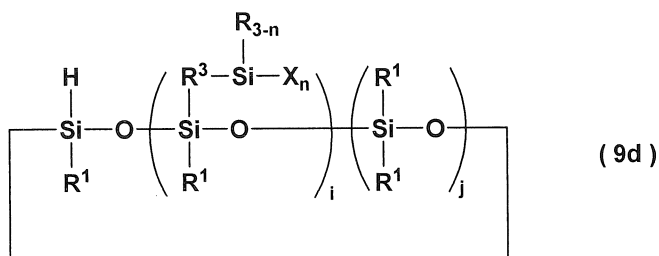
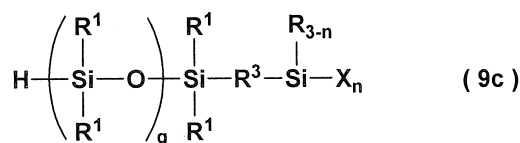
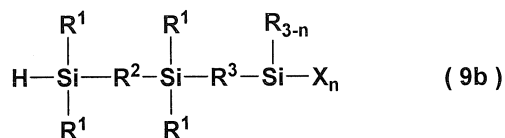
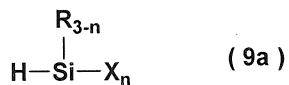
[0064]

Đã nhận thấy rằng hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và không có nhóm thủy phân được ở cuối trong phân tử có thể được sử dụng thay vì hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử. Theo phương án này, hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không có nhóm thủy phân được ở cuối trong phân tử được sử dụng. Sau khi polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử, có công thức (8) được cho phản ứng với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không có nhóm thủy phân được ở cuối trong phân tử như trong phương án trên đây, sản phẩm phản ứng có các nhóm SiH ở cuối mạch polyme được trộn với hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử, như alyltrimetoxysilan. Hỗn hợp được già hóa với sự có mặt của chất xúc tác hydrosilyl hoá, ví dụ, phức chất axit cloplatinic/vinyl siloxan trong toluen, ở nhiệt độ từ 40 đến 120°C, tốt hơn là từ 60 đến 100°C, tốt hơn nữa nếu khoảng 80°C trong thời gian từ 1 đến 72 giờ, tốt hơn là từ 20 đến 36 giờ, tốt hơn nữa nếu trong thời gian khoảng 24 giờ.

[0065]

Hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử được sử dụng trong điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (2), các hợp chất có các công thức chung từ (9a) đến (9d) được ưu tiên.

[Công thức 37]



Trong bản mô tả này R, X, n, R¹, R², g và j là như được xác định trên đây, i là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5, tốt hơn là từ 1 đến 3, i+j là số nguyên từ 2 đến 9, tốt hơn là từ 2 đến 4, và R³ là nhóm hydrocacbon C₂-C₈ hoá trị 2.

[0066]

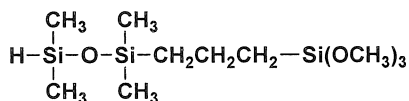
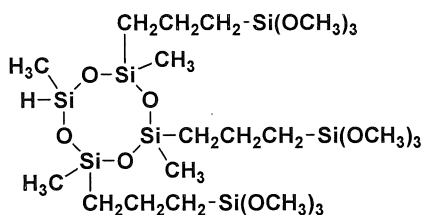
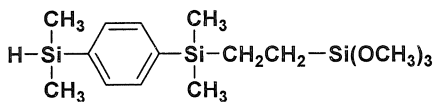
R³ là C₂-C₈, tốt hơn là nhóm hydrocacbon C₂-C₄ hoá trị 2, ví dụ về các nhóm này bao gồm các nhóm alkylen, như metylen, etylen, propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, metylpropylen), hexametylen, và octametylen, các nhóm arylen, như phenylen, hoặc các kết hợp của ít nhất hai nhóm trong các nhóm trên (ví dụ các nhóm alkylen-arylen). Trong các nhóm này, etylen và trimetylen được ưu tiên.

[0067]

Ví dụ về hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử bao gồm trimetoxysilan, trietoxysilan, tripropoxysilan,

triisopropoxysilan, tributoxysilan, triisopropenoxysilan, triaxetoxysilan, triclosilan, tribromsilan, và triiodosilan cũng như các hợp chất silan được nêu dưới đây.

[Công thức 38]



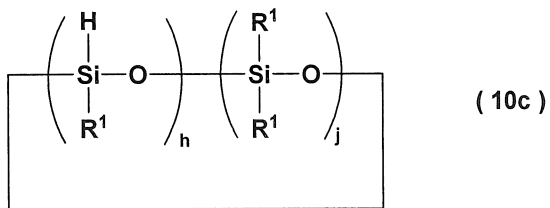
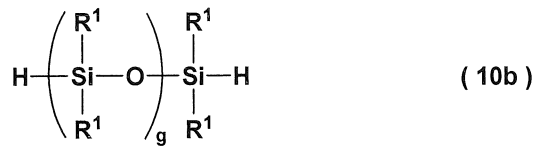
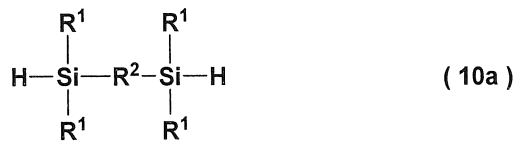
[0068]

Theo phương án, trong đó việc điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (2) bao gồm phản ứng cộng hợp của polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử vào hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử, hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử tốt hơn được sử dụng với lượng để có từ 1,5 đến 4 đương lượng, tốt hơn nữa nếu từ 2 đến 2,5 đương lượng nhóm SiH trong hợp chất silic hữu cơ cho mỗi đương lượng nhóm cuối hoạt động (vị trí olefin ở cuối mạch) trong polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử.

[0069]

Trong các hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không có nhóm thủy phân được ở cuối trong phân tử được sử dụng trong điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (2), các hợp chất có các công thức chung từ (10a) đến (10c) được ưu tiên.

[Công thức 39]

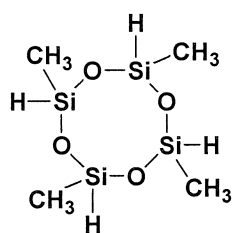
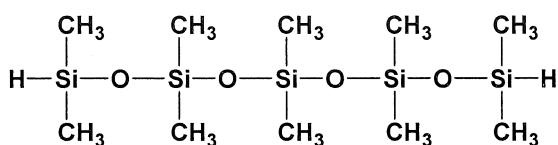
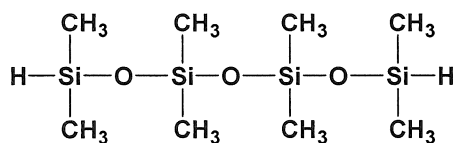
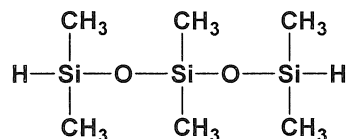
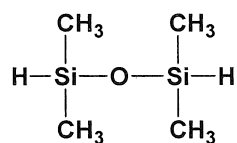
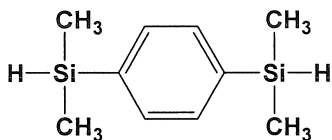
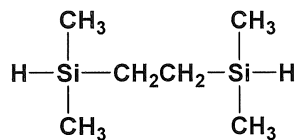


Trong bản mô tả này R^1 , R^2 , g , h , j , và $h+j$ là như được xác định trên đây.

[0070]

Ví dụ về hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không có nhóm thủy phân được ở cuối trong phân tử bao gồm các hợp chất Như được thể hiện dưới đây.

[Công thức 40]



[0071]

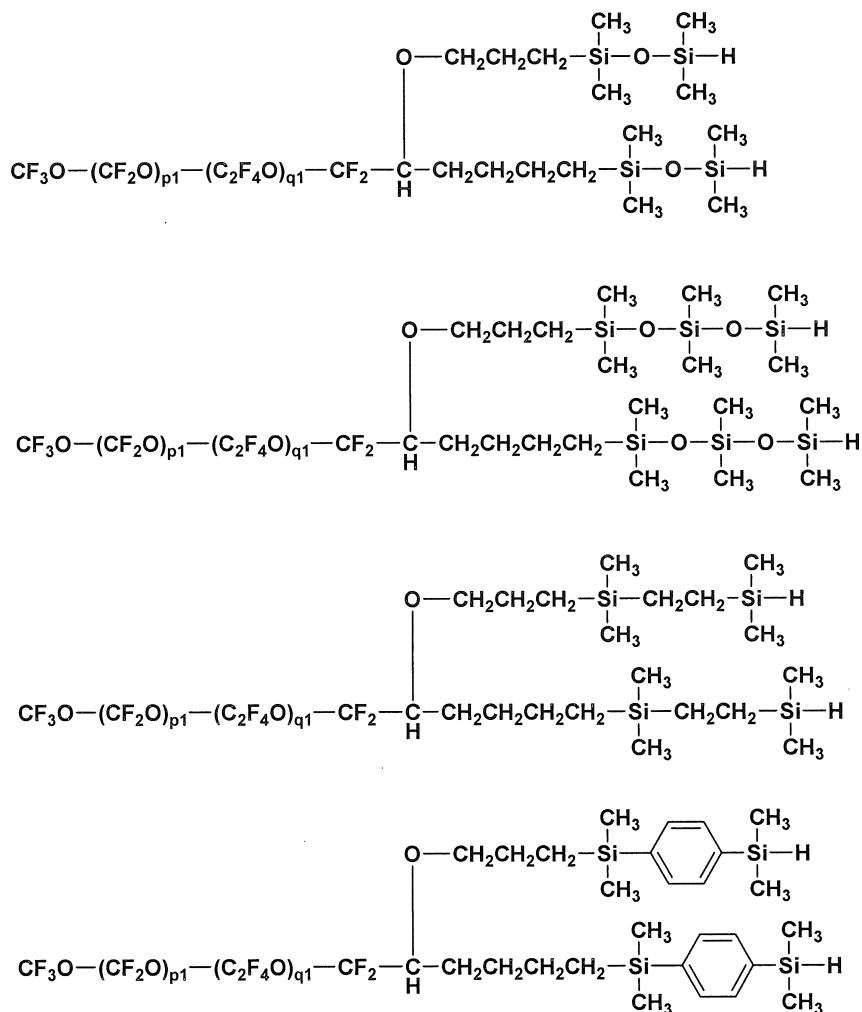
Theo một phương án khác, trong đó việc điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (2) bao gồm phản ứng cộng hợp của polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử vào hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không có nhóm thủy phân được ở cuối trong phân tử, hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không có nhóm thủy phân được ở cuối trong phân tử tốt hơn

được sử dụng với lượng để có từ 5 đến 30 đương lượng, tốt hơn nữa nếu từ 7 đến 20 đương lượng, tốt nhất là ở khoảng 10 đương lượng nhóm SiH trong hợp chất silic hữu cơ cho mỗi đương lượng nhóm cuối hoạt động (vị trí olefin ở cuối mạch) trong polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử.

[0072]

Trong điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (2), ví dụ về sản phẩm phản ứng cộng hợp của polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không có nhóm thủy phân được ở cuối trong phân tử bao gồm các hợp chất với các công thức sau đây. Trong mỗi công thức, số lần lặp lại của đơn vị lặp lại tạo thành nhóm flooxyalkyl hoặc nhóm flooxyalkylen (gốc polyme chứa flooxyalkylen hoá trị một hoặc hai) được nêu dưới đây, mặc dù nó có thể là số tùy ý thỏa mãn trên đây các công thức (3) và (4).

[Công thức 41]

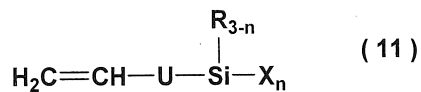


Trong bản mô tả này p1 và q1 là như được xác định trên đây, tổng của p1 và q1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110. Đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p1 và q1 có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên.

[0073]

Trong điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (2), các hợp chất có công thức chung (11) được ưu tiên làm hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử để phản ứng với các nhóm SiH ở cuối mạch polyme của sản phẩm phản ứng cộng hợp.

[Công thức 42]



Trong bản mô tả này R, X và n là như được xác định trên đây, và U là liên kết đơn hoặc C₁-C₆ nhóm hydrocacbon hoá trị 2.

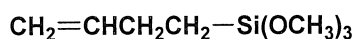
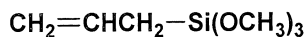
[0074]

Trong công thức (11), U là liên kết đơn hoặc nhóm hydrocacbon C₁-C₆ hoá trị 2. Ví dụ về nhóm hydrocacbon C₁-C₆ hoá trị 2 bao gồm các nhóm alkylen, như metylen, etylen, propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, methylpropylen), và hexametylen, và phenylen. U tốt hơn là liên kết đơn hoặc metylen.

[0075]

Ví dụ về hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử bao gồm các hợp chất Như được thể hiện dưới đây.

[Công thức 43]



[0076]

Theo phương án, trong đó việc điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (2) bao gồm phản ứng của sản phẩm phản ứng cộng hợp giữa polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử và hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không có nhóm thủy phân được ở cuối trong phân tử với hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử, hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử tốt hơn được sử dụng với lượng để có từ 1,5 đến 4 đương lượng, tốt hơn nữa nếu từ 2 đến 2,5 đương lượng vị trí olefin trong hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử cho mỗi đương lượng nhóm cuối hoạt động (nhóm

SiH cuối mạch) trong sản phẩm phản ứng cộng hợp giữa polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử và hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không có nhóm thủy phân được ở cuối trong phân tử.

[0077]

Trong các dung môi được sử dụng trong điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (2), các dung môi fluoro hóa được ưu tiên. Các dung môi fluoro hóa thích hợp bao gồm 1,3-bis(triflometyl)benzen, triflometylbenzen, metyl nonaflobutyl ete, metyl nonafloisobutyl ete, etyl nonaflobutyl ete, etyl nonafloisobutyl ete, các dung môi hydrofloete (HFE) (tên thương mại là các dòng Novec do 3M cung cấp), như 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decaflo-3-metoxi-2-(triflometyl)pentan, và các dung môi perflo bao gồm các hợp chất flo hóa hoàn toàn (tên thương mại là các dòng Fluorinert do 3M cung cấp).

Lượng dung môi được sử dụng là từ 10 đến 300 phần khối lượng, tốt hơn là từ 50 đến 150 phần khối lượng, tốt hơn nữa nếu ở khoảng 100 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử.

[0078]

Ví dụ về chất xúc tác hydrosilyl hoá được sử dụng được sử dụng trong việc điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (2) bao gồm các chất xúc tác trên cơ sở kim loại nhóm platin, như muối platin, axit cloplatinic, axit cloplatinic biến tính với rượu, các phức chất của axit cloplatinic với olefin, aldehyt, vinyl siloxan, và axetylen rượu, tetrakis(triphenylphosphin)palađi, và clotris(triphenylphosphin)rođi. Trong các nhóm này, các hợp chất platin, như các hợp chất phối hợp vinyl siloxan được ưu tiên.

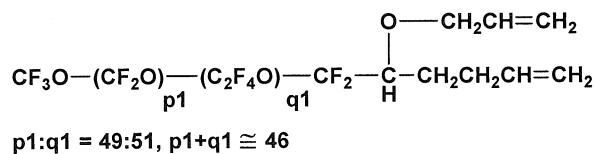
Chất xúc tác hydrosilyl hoá tốt hơn được sử dụng với lượng để tạo ra 0,01 đến 100ppm, tốt hơn nữa nếu 0,1 đến 50ppm kim loại chuyển tiếp trên tính theo khối lượng polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử hoặc sản phẩm phản ứng của polyme này với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không có nhóm thủy phân được ở cuối trong phân tử.

[0079]

Sau đó, dung môi và các chất phản ứng không phản ứng được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, sinh ra hợp chất đích.

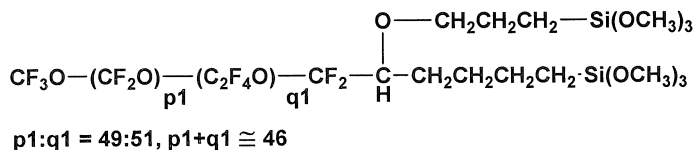
Trong một ví dụ, polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử là hợp chất có công thức sau đây:

[Công thức 44]



và hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử là trimetoxysilan, thu được hợp chất có công thức.

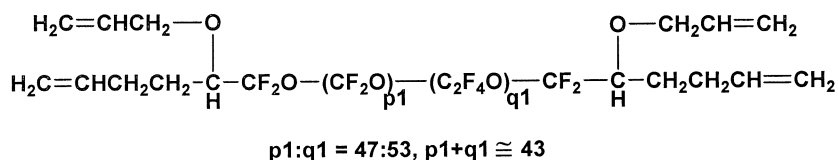
[Công thức 45]



[0080]

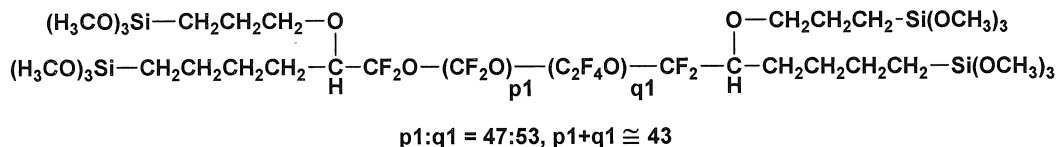
Trong một ví dụ khác, polyme chứa flopolyete có hai vị trí olefin ở cuối mạch phân tử là hợp chất có công thức sau đây:

[Công thức 46]



và hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và dễ bị thủy phân nhóm cuối trong phân tử là trimetoxysilan, hợp chất có công thức thu được.

[Công thức 47]



[0081]

Theo phương án khác, sáng chế đề xuất chất xử lý bề mặt bao gồm polyme chứa flopolyete có nhóm silyl chứa hydroxy hoặc nhóm silyl dễ thủy phân, có công thức (1) trên đây, tốt hơn là polyme chứa flopolyete có nhóm silyl chứa hydroxy hoặc nhóm silyl dễ thủy phân, có công thức (2) trên đây. Chất xử lý bề mặt cũng có thể bao gồm sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn, thu được bằng cách trùng ngưng nhóm hydroxy lên polyme chứa flopolyete, hoặc nhóm hydroxy sinh ra từ thủy phân không hoàn toàn của nhóm cuối dễ bị thủy phân trên polyme chứa flopolyete theo cách đã biết.

[0082]

Nếu cần, có thể bổ sung chất xúc tác phản ứng trùng ngưng thủy phân vào chất xử lý bề mặt. Thích hợp chất xúc tác phản ứng trùng ngưng thủy phân bao gồm các hợp chất thiếc hữu cơ, như dibutyl thiếc dimetoxit và dibutyl thiếc dilaurat, các hợp chất titan hữu cơ, như tetra-n-butyl titanat, các axit hữu cơ, như axit axetic, axit metan sulfonic, và các axit cacboxylic biến tính flo, và các axit vô cơ, như axit clo hydric và axit sulfuric. Trong các chất xúc tác này, axit axetic, tetra-n-butyl titanat, dibutyl thiếc dilaurat, và các axit cacboxylic biến tính flo là mong muốn.

Chất xúc tác phản ứng trùng ngưng thủy phân có thể được bổ sung theo lượng chất xúc tác, thường là từ 0,01 đến 5 phần, tốt hơn nữa nếu 0,1 đến 1 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng polyme chứa flopolyete và/hoặc sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn của nó.

[0083]

Chất xử lý bề mặt có thể còn gồm dung môi. Các dung môi thích hợp bao gồm các dung môi hydrocarbon béo biến tính flo, như perfluheptan và perfluooctan;

các dung môi hydrocacbon thơm biến tính flo, như 1,3-bis(triflometyl)benzen; các dung môi ete biến tính flo, như metyl perflobutyl ete, etyl perflobutyl ete, và perflo(2-butyltetrahydrofuran); các dung môi alkylamin biến tính flo, như perflotributylamin và perflotripentylamin; các dung môi hydrocacbon, như dầu xăng, toluen, và xylen; các dung môi keton, như axeton, metyl etyl ketmôt, và metyl isobutyl keton. Trong các dung môi này, các dung môi biến tính flo là mong muốn vì độ tan và khả năng thấm ướt, với 1,3-bis(triflometyl)benzen, perflo(2-butyltetrahydrofuran), perflotributylamin, và etyl perflobutyl ete là mong muốn hơn.

[0084]

Các dung môi có thể được sử dụng là hỗn hợp của hai dung môi hoặc hơn, trong khi, sẽ là tốt hơn nếu polyme chứa flopolyete và sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn của nó được hòa tan đều trong dung môi. Nồng độ tối ưu của polyme chứa flopolyete và sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn của nó trong dung môi khác với chế độ xử lý cụ thể. Có thể chọn một lượng dễ dàng cân. Trong trường hợp phủ trực tiếp, nồng độ có thể tốt hơn là từ 0,01 đến 10 phần khối lượng, tốt hơn nữa nếu từ 0,05 đến 5 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng dung môi và polyme chứa flopolyete (và sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn của nó) được kết hợp. Trong trường hợp gia công bằng phương pháp bay hơi, nồng độ có thể tốt hơn là từ 1 đến 100 phần khối lượng, tốt hơn nữa nếu từ 3 đến 30 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng dung môi và polyme chứa flopolyete (và sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn của nó) được kết hợp.

[0085]

Chất xử lý bề mặt có thể được áp dụng lên mặt nền bằng kỹ thuật đã biết bất kỳ, như quét phủ, nhúng, phun và bay hơi. Trong trường hợp bay hơi, chế độ gia nhiệt có thể là hoặc khả năng chịu nhiệt (độ bền nhiệt) hoặc gia nhiệt EB (*Electro Beam - chùm tia điện tử*) và không bị giới hạn một cách đặc biệt. Nhiệt độ đóng rắn thay đổi với kỹ thuật đóng rắn cụ thể. Ví dụ, trong trường hợp phủ trực tiếp (quét phủ, nhúng hoặc phun), các điều kiện đóng rắn thích hợp bao gồm nhiệt độ từ 25 đến 200°C, đặc biệt là từ 25 đến 80°C trong thời gian từ 30 phút đến 36 giờ, đặc biệt

là từ 1 đến 24 giờ. Khi tác nhân được áp dụng bằng cách bay hơi, nhiệt độ đóng rắn mong muốn là nằm trong khoảng từ 20 đến 200°C. Các điều kiện đóng rắn ẩm cũng hữu ích. Lớp phủ đóng rắn thường có độ dày từ 0,1 đến 100 nm, mong muốn là từ 1 đến 20 nm mặc dù độ dày phụ thuộc vào loại mặt nền. Ngoài ra, trong trường hợp phủ phun, ví dụ, phương pháp bao gồm làm loãng tác nhân với dung môi florohóa có nước đã được bổ sung vào trước, do vậy tác động quá trình thủy phân để tạo ra Si-OH, và sau đó, việc phun dung dịch loãng được khuyến dùng vì lớp phủ đóng rắn nhanh.

[0086]

Nền mang cần được xử lý bằng chất xử lý bề mặt không bị giới hạn một cách đặc biệt, và có thể được làm từ các vật liệu mong muốn bất kỳ, bao gồm giấy, vải, các kim loại, kim loại các oxit, thủy tinh, chất dẻo, gốm sứ, và thạch anh. Chất xử lý bề mặt có tác dụng tạo cho nền mang có khả năng chống thấm nước/dầu, độ bền mài mòn với sợi thép, và các tính chất trượt nước. Cụ thể, có lợi nếu chất xử lý bề mặt được sử dụng để xử lý thủy tinh và màng có lắng phủ SiO₂.

[0087]

Các vật phẩm được ưu tiên để có thể được xử lý bằng chất xử lý bề mặt bao gồm các hệ thống định vị cho xe hơi, điện thoại di động, điện thoại thông minh, máy ảnh kỹ thuật số, máy quay kỹ thuật số, PDA (*màn hình hiển thị lớn ngoài công cộng*), máy nghe nhạc bỏ túi, máy nghe nhạc cho xe hơi, màn hình máy chơi game, kính mắt, thấu kính camera, bộ lọc thấu kính, kính mát, thiết bị y tế (ví dụ ống soi dạ dày), máy photocopy, máy tính cá nhân, màn hình LC (*tinh thể lỏng*), màn hình hữu cơ siêu mỏng (*EL - Electro-Luminescence*), màn hình plasma, các màn hình cảm ứng, bảo vệ màng, màng chống phản xạ (*chống lóa*), và các vật phẩm quang học khác. Chất xử lý bề mặt của sáng chế có tác dụng để ngăn dấu tay và bã nhờn bám vào vật phẩm và cũng mang lại khả năng chống xước hoặc độ bền mài mòn. Do đó, nó đặc biệt là hữu ích để lớp chống thấm nước/dầu trên các màn hình cảm ứng và màng chống phản xạ.

[0088]

Chất xử lý bề mặt cũng được sử dụng để làm lớp phủ chống nhiễm bẩn trên các vật phẩm vệ sinh, như bồn tắm và bồn rửa; lớp phủ chống nhiễm bẩn trên cửa

kính hoặc kính cường lực và nắp đèn trước trong phương tiện giao thông vận tải, như xe hơi, xe lửa và máy bay; lớp phủ chống thấm nước/dầu trên ngoại thất công trình xây dựng; lớp phủ chống nhiễm bẩn dầu trên các vật dụng nhà bếp, chống nhiễm bẩn, chống dính, lớp phủ ngăn vết bẩn ở các bộ điện thoại, lớp phủ chống dấu tay trên các đồ vật nghệ thuật; lớp phủ chống dấu tay trên đĩa compact và DVD; chất tách khuôn; phụ gia sơn; và chất biến tính nhựa. Chất này cũng có hiệu quả để điều chỉnh độ chảy và độ phân tán của chất độn vô cơ, và để cải thiện độ trơn của băng và phim.

Ví dụ thực hiện sáng chế

[0089]

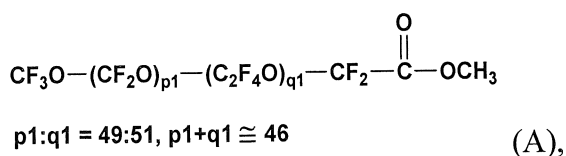
Các Ví dụ và các Ví dụ so sánh được nêu dưới đây được dùng để minh họa sáng chế, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các Ví dụ này.

[0090]

[Ví dụ 1]

Thiết bị phản ứng được nạp với 272 ml dung dịch THF 0,5 M gồm 3-butenylmagiê bromua ($1,4 \times 10^{-1}$ mol). Trong khi khuấy, hỗn hợp chứa 200 g ($4,5 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (A):

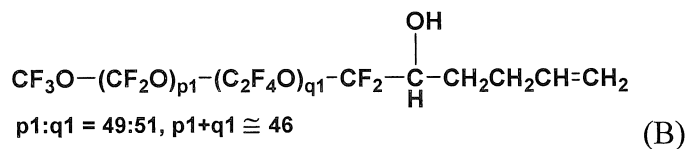
[Công thức 48]



400 g Asahiklin AC-6000, và 200 g PF5060 được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng, được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 6 giờ. Vào cuối giai đoạn gia nhiệt, dung dịch được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và dung dịch axit clo hydric trong nước được bổ sung từng giọt. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất fluoro được thu hồi nhờ quá trình phân tách và được rửa bằng axeton. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất fluoro sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi dư được loại ra bằng

cách chưng cất trong chân không, thu được 193 g polyme chứa flopolyete (phân tử lượng trung bình khoảng 4,430) có công thức sau đây (B).

[Công thức 49]



[0091]

^1H -NMR

δ 1,4-1,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H

δ 1,9-2,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂, -CF₂-CH(OH)-CH₂-) 3H

δ 3,6-3,8 (-CF₂-CH(OH)-CH₂-) 1H

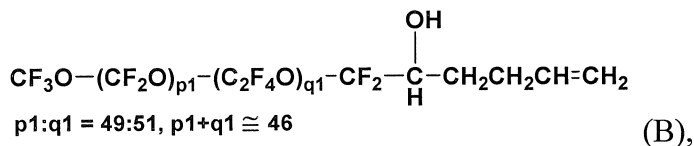
δ 4,8-4,9 (-CH₂CH=CH₂) 2H

δ 5,5-5,6 (-CH₂CH=CH₂) 1H

[0092]

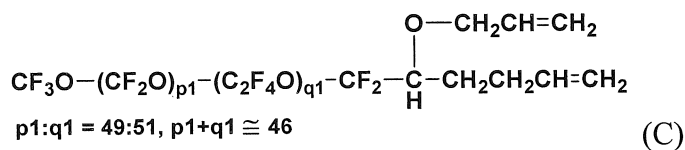
Trong thiết bị phản ứng, 100 g ($2,3 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (B):

[Công thức 50]



11 g ($9,2 \times 10^{-2}$ mol) alyl bromua, và 0,17 g ($4,6 \times 10^{-4}$ mol) tetrabutylamoni iodua được trộn. Sau đó, 18 g ($1,4 \times 10^{-1}$ mol) dung dịch natri hydroxit 30 % theo khối lượng trong nước được bổ sung. Dung dịch được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 24 giờ. Vào cuối giai đoạn gia nhiệt, dung dịch được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và dung dịch axit clo hydric trong nước được bổ sung từng giọt. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất floro được thu hồi nhờ quá trình phân tách và được rửa bằng axeton. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất floro sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi dư được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 97 g polyme chứa flopolyete có công thức sau đây (C).

[Công thức 51]



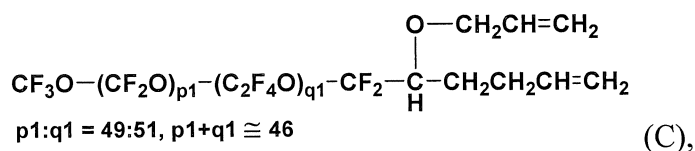
[0093]

 ^1H -NMR δ 1,5-1,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H δ 1,9-2,1 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H δ 3,4-3,5 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H δ 3,8-3,9 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H δ 4,1-4,2 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H δ 4,8-4,9 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 2H δ 5,0-5,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H δ 3,4-3,5 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H δ 5,7-5,8 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 1H

[0094]

Trong thiết bị phản ứng, 80 g ($1,8 \times 10^{-2}$ mol) của hợp chất có công thức (C):

[Công thức 52]

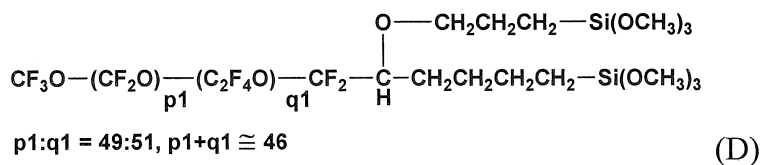


80 g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 8,8 g ($7,2 \times 10^{-2}$ mol) trimetoxysilan, và $8,0 \times 10^{-2}$ g toluen dung dịch gồm phức chất axit cloplatinic/vinyl siloxan (chứa $2,4 \times 10^{-7}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch được già hóa ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 24 giờ. Sau đó, dung môi và các chất phản ứng không phản ứng được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 84 g sản phẩm lỏng.

[0095]

Qua phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất được xác định có cấu trúc với công thức (D).

[Công thức 53]



[0096]

$^1\text{H-NMR}$

δ 0,4-0,6 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 4H

δ 1,2-1,7 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 8H

δ 3,4-3,5 (CF₂-CH(-O-CH₂CH₂CH₂-Si)) 1H

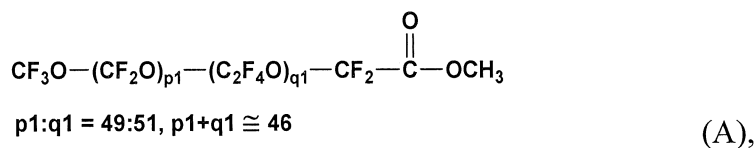
δ 3,3-3,7 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, -Si(OCH₃)₃) 20H

[0097]

[Ví dụ 2]

Thiết bị phản ứng được nạp với 272 ml dung dịch THF 0,5 M gồm 5-hexenylmagiê bromua ($1,36 \times 10^{-1}$ mol). Trong khi khuấy, hỗn hợp chứa 200 g ($4,5 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (A):

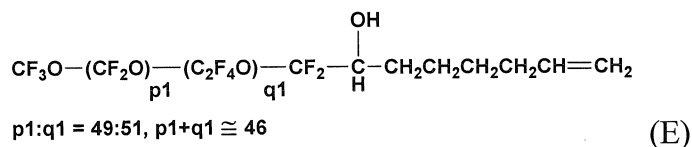
[Công thức 54]



400 g Asahiklin AC-6000, và 200 g PF5060 được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng, được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 6 giờ. Vào cuối giai đoạn gia nhiệt, dung dịch được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và dung dịch axit clo hydric trong nước được bổ sung từng giọt. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất florơ được thu hồi nhờ quá trình phân tách và được rửa bằng axeton. Lớp dưới hoặc lớp

hợp chất floro sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi dư được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 189 g polyme chứa flopolyete (phân tử lượng trung bình khoảng 4,450) có công thức sau đây (E).

[Công thức 55]



[0098]

^1H -NMR

δ 1,3-1,8 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂CH=CH₂) 6H

δ 1,9-2,1 (C-CH₂CH₂CH₂CHCH=CH₂) 2H

δ 3,3-3,5 (-CF₂-CH(OH)-CH₂-) 1H

δ 3,6-3,8 (-CF₂-CH(OH)-CH₂-) 1H

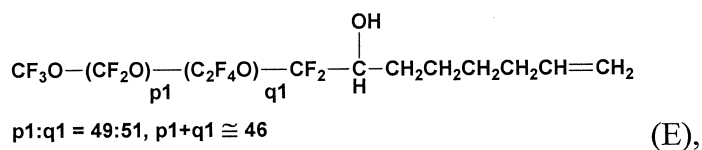
δ 4,7-4,9 (-CH₂CH=CH₂) 2H

δ 5,5-5,7 (-CH₂CH=CH₂) 1H

[0099]

Trong thiết bị phản ứng, 20 g ($4,5 \times 10^{-3}$ mol) của hợp chất có công thức (E):

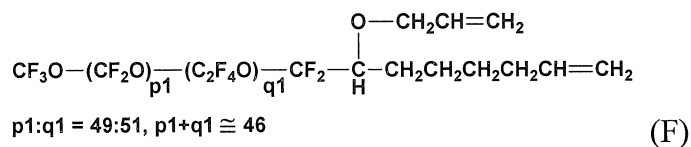
[Công thức 56]



2,2 g ($1,8 \times 10^{-2}$ mol) allyl bromua, và 0,03 g ($9,0 \times 10^{-5}$ mol) tetrabutylamoni iodua được trộn. Sau đó, 3,6 g ($2,7 \times 10^{-2}$ mol) dung dịch natri hydroxit 30 % theo khối lượng trong nước được bổ sung. Dung dịch được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 24 giờ. Vào cuối giai đoạn gia nhiệt, dung dịch được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và dung dịch axit clo hydric trong nước được bổ sung từng giọt. Lốp dưới hoặc lớp hợp chất floro được thu hồi nhờ quá trình phân tách và được rửa

bằng axeton. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất floro sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi dư được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 21 g polyme chứa flopolyete có công thức sau đây (F).

[Công thức 57]



[0100]

$^1\text{H-NMR}$

δ 1,3-1,8 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂CH=CH₂) 6H

δ 1,9-2,1 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂CH=CH₂) 2H

δ 3,4-3,5 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H

δ 3,8-3,9 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H

δ 4,1-4,2 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H

δ 4,8-4,9 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 2H

δ 5,0-5,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H

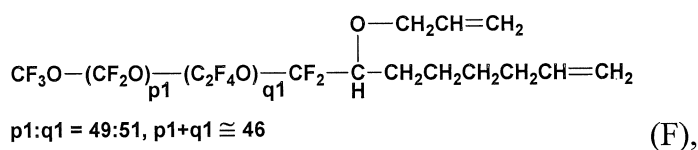
δ 3,4-3,5 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H

δ 5,7-5,8 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 1H

[0101]

Trong thiết bị phản ứng, 10 g ($2,2 \times 10^{-3}$ mol) của hợp chất có công thức (F):

[Công thức 58]



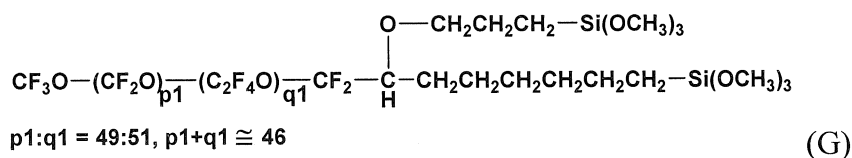
10 g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 1,1 g ($8,8 \times 10^{-3}$ mol) trimetoxysilan, và $1,0 \times 10^{-2}$ g toluen dung dịch gồm phức chất axit cloplatinic/vinyl siloxan (chứa $3,0 \times 10^{-8}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch được già hóa ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 24 giờ. Sau

đó, dung môi và các chất phản ứng không phản ứng được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 9,7 g sản phẩm lỏng.

[0102]

Qua phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất được xác định có cấu trúc với công thức (G).

[Công thức 59]



[0103]

$^1\text{H-NMR}$

δ 0,4-0,6 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 4H

δ 1,1-1,8 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 12H

δ 3,6-3,7 (CF₂-CH(-O-CH₂CH₂CH₂-Si)) 1H

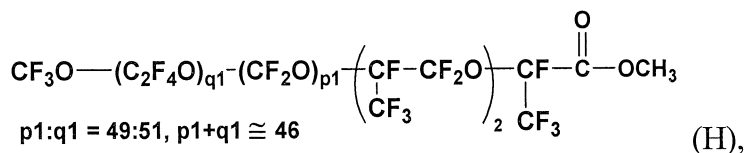
δ 3,3-3,7 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, -Si(OCH₃)₃) 20H

[0104]

[Ví dụ 3]

Thiết bị phản ứng được nạp với 126 ml dung dịch THF 0,5 M gồm 3-butenylmagiê bromua ($6,3 \times 10^{-2}$ mol). Trong khi khuấy, hỗn hợp chứa 100 g ($2,1 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (H):

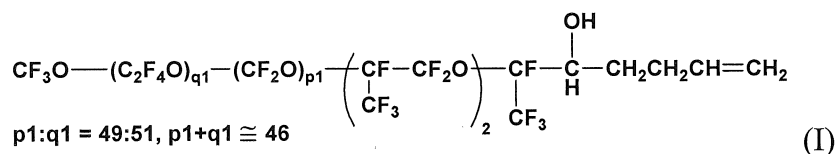
[Công thức 60]



200 g Asahiklin AC-6000, và 100 g PF5060 được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng, được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 6 giờ. Vào cuối giai đoạn gia nhiệt, dung dịch được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và dung dịch axit clo hydric trong nước được bổ sung từng giọt. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất fluoro

được thu hồi nhờ quá trình phân tách và được rửa bằng axeton. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất floro sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi dư được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 96 g polyme chứa flopolyete (phân tử lượng trung bình khoảng 4,800) có công thức sau đây (I).

[Công thức 61]



[0105]

^1H -NMR

δ 1,4-1,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H

δ 1,9-2,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂, -CF(CF₃)-CH(OH)-CH₂-) 3H

δ 3,5-3,7 (-CF(CF₃)-CH(OH)-CH₂-) 1H

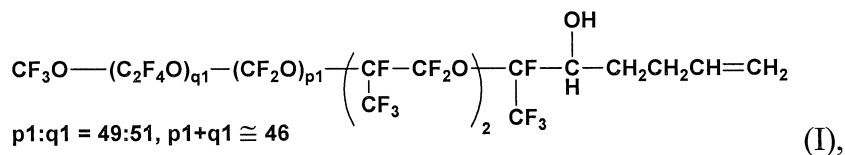
δ 4,8-4,9 (-CH₂CH=CH₂) 2H

δ 5,5-5,6 (-CH₂CH=CH₂) 1H

[0106]

Trong thiết bị phản ứng, 20 g ($4,2 \times 10^{-3}$ mol) của hợp chất có công thức (I):

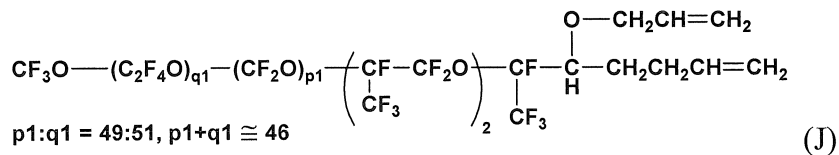
[Công thức 62]



2,1 g ($1,7 \times 10^{-2}$ mol) alyl bromua, và 0,03 g ($8,4 \times 10^{-5}$ mol) tetrabutylamoni iotua được trộn. Sau đó, 3,4 g ($2,5 \times 10^{-2}$ mol) dung dịch natri hydroxit 30 % theo khối lượng trong nước được bổ sung. Dung dịch được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 24 giờ. Vào cuối giai đoạn gia nhiệt, dung dịch được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và dung dịch axit clo hydric trong nước được bổ sung từng giọt. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất floro được thu hồi nhờ quá trình phân tách và được rửa bằng axeton. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất floro sau khi rửa được thu hồi một lần

nữa. Dung môi dư được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 19 g polyme chứa flopolyete có công thức sau đây (J).

[Công thức 63]



[0107]

^1H -NMR

δ 1,5-1,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H

δ 2,1-2,3 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H

δ 3,6-3,7 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H

δ 3,9-4,0 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H

δ 4,2-4,3 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H

δ 4,8-4,9 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 2H

δ 5,0-5,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H

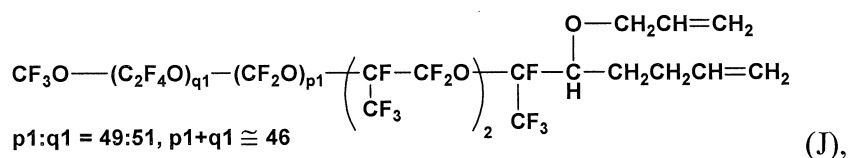
δ 3,4-3,5 (CF₂-CH(OCH₂CH=CH₂)) 1H

δ 5,7-5,8 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 1H

[0108]

Trong thiết bị phản ứng, 10 g ($2,1 \times 10^{-3}$ mol) hợp chất có công thức (J):

[Công thức 64]



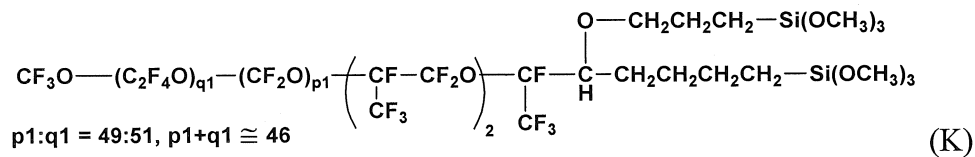
10 g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 1,0 g ($8,2 \times 10^{-3}$ mol) trimetoxysilan, và $1,0 \times 10^{-2}$ g toluen dung dịch gồm phức chất axit cloplatinic/vinyl siloxan (chứa $3,0 \times 10^{-8}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch được già hóa ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 24 giờ. Sau

đó, dung môi và các chất phản ứng không phản ứng được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 9,7 g sản phẩm lỏng.

[0109]

Qua phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất được xác định có cấu trúc với công thức (K).

[Công thức 65]



[0110]

$^1\text{H-NMR}$

δ 0,4-0,6 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, -CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 4H

δ 1,2-1,7 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 8H

δ 3,6-3,7 (CF₂-CH(-O-CH₂CH₂CH₂-Si)) 1H

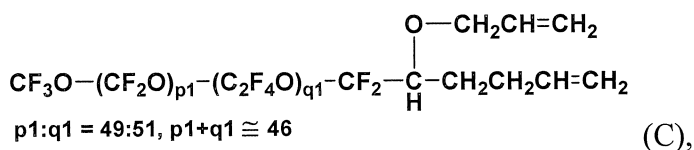
δ 3,3-3,7 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, -Si(OCH₃)₃) 20H

[0111]

[Ví dụ 4]

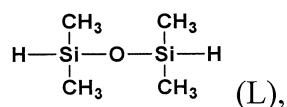
Trong thiết bị phản ứng, 20 g ($4,5 \times 10^{-3}$ mol) của hợp chất có công thức (C):

[Công thức 66]



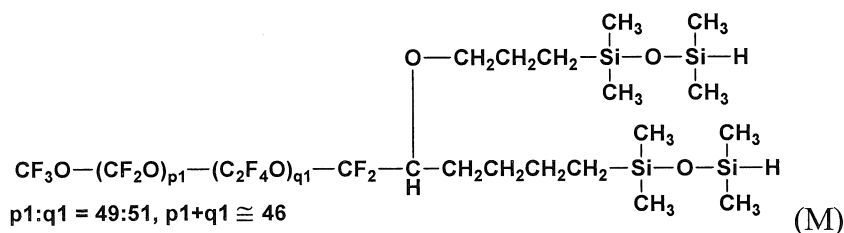
6,0 g ($4,5 \times 10^{-2}$ mol) siloxan có công thức (L):

[Công thức 67]



và 20 g 1,3-bis(triflometyl)benzen được trộn và được gia nhiệt ở nhiệt độ 80°C. Sau đó $2,0 \times 10^{-2}$ g toluen dung dịch gồm phức chất axit cloplatinic/vinyl siloxan (chứa $6,0 \times 10^{-8}$ mol Pt) được bổ sung vào hỗn hợp, được gia hóa ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 24 giờ. Sau đó, dung môi dư được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 21 g polyme chứa flopolyete có công thức sau đây (M).

[Công thức 68]



[0112]

^1H -NMR

δ 0-0,3 (-Si-(CH₃)₂-) 24H

δ 0,4-0,6 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 4H

δ 1,2-1,7 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 8H

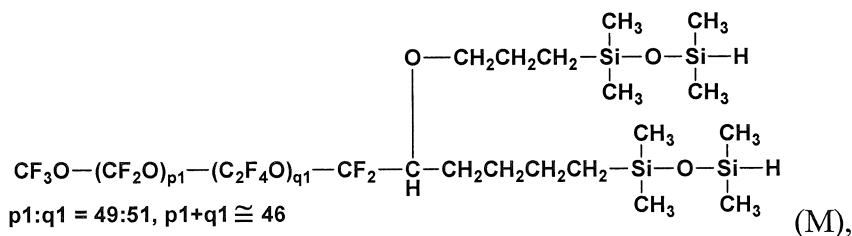
δ 3,4-3,6 (CF₂-CH(-O-CH₂CH₂CH₂-Si)) 1H

δ 3,8-4,1 (-Si(CH₃)₂-H) 2H

[0113]

Trong thiết bị phản ứng, 10 g ($2,1 \times 10^{-3}$ mol) của hợp chất có công thức (M):

[Công thức 69]



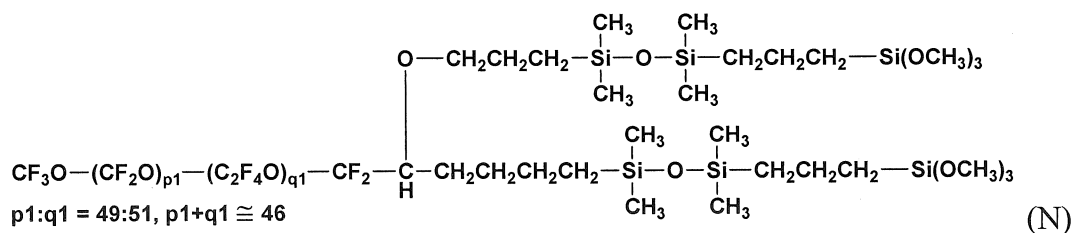
10 g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 1,3 g ($8,4 \times 10^{-3}$ mol) alyltrimetoxysilan, và $1,0 \times 10^{-2}$ g toluen dung dịch gồm phức chất axit cloplatinic/vinyl siloxan (chứa

$3,0 \times 10^{-8}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch được giả hóa ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 24 giờ. Sau đó, dung môi và các chất phản ứng không phản ứng được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 10 g sản phẩm lỏng.

[0114]

Qua phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất được xác định có cấu trúc với công thức (N).

[Công thức 70]



[0115]

$^1\text{H-NMR}$

δ 0-0,3 (-Si-(CH₃)₂-) 24H

δ 0,4-0,7 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si, Si-CH₂CH₂CH₂-Si) 12H

δ 1,2-1,8 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂CH₂CH₂CH₂-SiSi-CH₂CH₂CH₂-Si) 12H

δ 3,4-3,5 (CF₂-CH(-O-CH₂CH₂CH₂-Si)) 1H

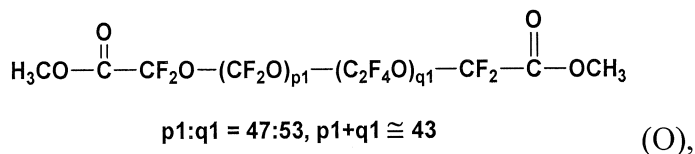
δ 3,3-3,7 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, -Si(OCH₃)₃) 20H

[0116]

[Ví dụ 5]

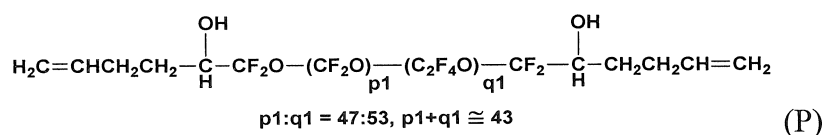
Thiết bị phản ứng được nạp với 282 ml dung dịch THF 0,5 M gồm 3-butenylmagiê bromua ($1,4 \times 10^{-1}$ mol). Trong khi khuấy, hỗn hợp chứa 100 g ($2,4 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (O):

[Công thức 71]



200 g Asahiklin AC-6000, và 100 g PF5060 được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng, được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 6 giờ. Vào cuối giai đoạn gia nhiệt, dung dịch được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và dung dịch axit clo hydric trong nước được bổ sung từng giọt. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất floro được thu hồi nhờ quá trình phân tách và được rửa bằng axeton. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất floro sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi dư được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 94 g polyme chứa flopolyete (phân tử lượng trung bình khoảng 4,400) có công thức sau đây (P).

[Công thức 72]



[0117]

¹H-NMR

δ 1,4-1,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 4H

δ 1,9-2,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂, -CF₂-CH(OH)-CH₂-) 6H

δ 3,6-3,8 (-CF₂-CH(OH)-CH₂-) 2H

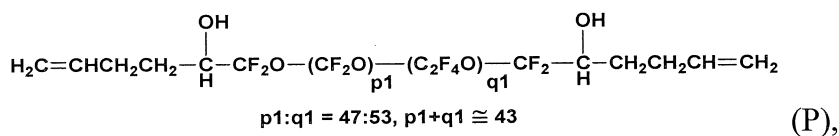
δ 4,8-4,9 (-CH₂CH=CH₂) 4H

δ 5,5-5,6 (-CH₂CH=CH₂) 2H

[0118]

Trong thiết bị phản ứng, 20 g (4,5×10⁻³ mol) của hợp chất có công thức (P):

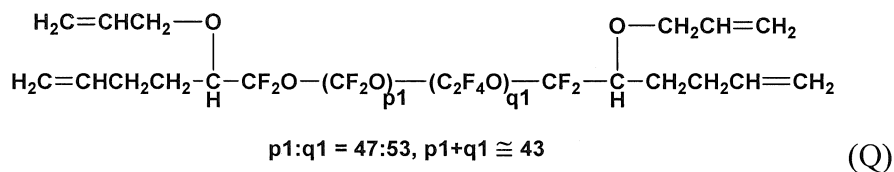
[Công thức 73]



4,4 g (3,6×10⁻² mol) alyl bromua, và 0,06 g (1,8×10⁻⁴ mol) tetrabutylamoni iodua được trộn. Sau đó, 7,2 g (5,4×10⁻² mol) dung dịch natri hydroxit 30 % theo khối lượng trong nước được bổ sung. Dung dịch được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 24 giờ. Vào cuối giai đoạn gia nhiệt, dung dịch được làm nguội đến nhiệt

độ trong phòng, và dung dịch axit clo hydric trong nước được bổ sung từng giọt. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất floro được thu hồi nhờ quá trình phân tách và được rửa bằng axeton. Lớp dưới hoặc lớp hợp chất floro sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi dư được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 21 g polyme chứa flopolyete có công thức sau đây (Q).

[Công thức 74]



[0119]

^1H -NMR

δ 1,5-1,7 (C-CH $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ CH $\underline{\text{H}}$ CH=CH $\underline{\text{H}}$) 4H

δ 1,9-2,1 (C-CH $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ CH=CH $\underline{\text{H}}$) 4H

δ 3,4-3,5 (CF $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ (OCH $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ CH=CH $\underline{\text{H}}$)) 2H

δ 3,8-3,9 (CF $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ (OCH $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ CH=CH $\underline{\text{H}}$)) 2H

δ 4,1-4,2 (CF $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ (OCH $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ CH=CH $\underline{\text{H}}$)) 2H

δ 4,8-4,9 (CF $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ (OCH $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ CH=CH $\underline{\text{H}}$)) 4H

δ 5,0-5,2 (C-CH $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ CH=CH $\underline{\text{H}}$) 4H

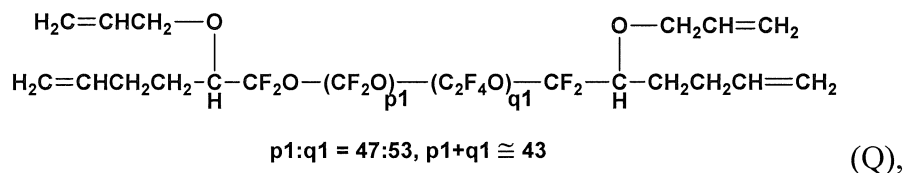
δ 3,4-3,5 (CF $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ (OCH $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ CH=CH $\underline{\text{H}}$)) 2H

δ 5,7-5,8 (C-CH $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ $\underline{\text{H}}$ CH=CH $\underline{\text{H}}$) 2H

[0120]

Trong thiết bị phản ứng, 20 g ($4,5 \times 10^{-3}$ mol) hợp chất có công thức (Q):

[Công thức 75]

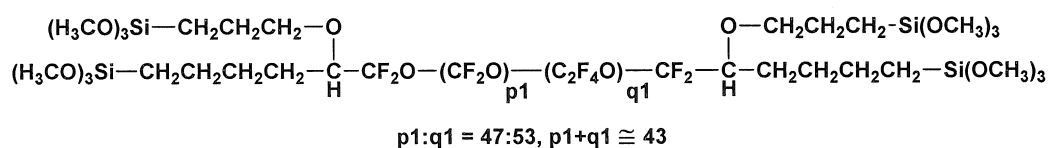


20 g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 4,4 g ($3,6 \times 10^{-2}$ mol) trimetoxysilan, và $4,8 \times 10^{-2}$ g toluen dung dịch gồm phức chất axit cloplatinic/vinyl siloxan (chứa $1,4 \times 10^{-7}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch được già hóa ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 24 giờ. Sau đó, dung môi và các chất phản ứng không phản ứng được loại ra bằng cách chưng cất trong chân không, thu được 20 g sản phẩm lỏng.

[0121]

Qua phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất được xác định có cấu trúc với công thức (R).

[Công thức 76]



(R)

[0122]

$^1\text{H-NMR}$

δ 0,4-0,6 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 8H

δ 1,2-1,7 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 16H

δ 3,4-3,5 (CF₂-CH(-O-CH₂CH₂CH₂-Si)) 2H

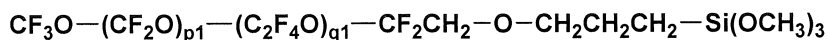
δ 3,3-3,7 (-O-CH₂CH₂CH₂-Si, -Si(OCH₃)₃) 40H

[0123]

Để so sánh, các polyme sau đây được sử dụng.

[Ví dụ so sánh 1]

[Công thức 77]



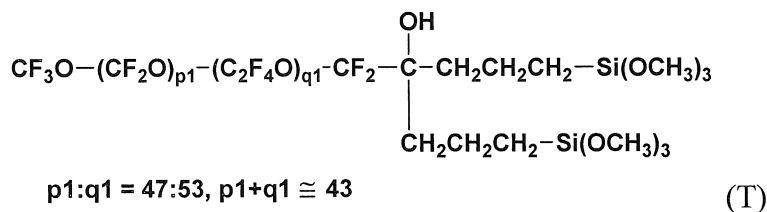
$p1:q1 = 47:53, p1+q1 \cong 43$

(S)

[0124]

[Ví dụ so sánh 2]

[Công thức 78]



[0125]

Điều chế chất xử lý bề mặt và tạo lớp màng đóng rắn

Các tác nhân xử lý bề mặt được điều chế bằng cách hoà tan các polyme chứa flopolyete có cấu trúc với các công thức (D) và (G) thu được trong các Ví dụ 1 và 2 hoặc các polyme có các công thức (S) và (T) trong các Ví dụ so sánh 1 và 2 trong Novec 7200 (etyl perflorobutyl ete do 3M cung cấp) ở nồng độ 20 % tính theo khối lượng. Trên thủy tinh có bề mặt ngoài cùng được xử lý bề mặt bằng SiO₂ 10 nm (Gorilla by Corning), 4 µl mỗi chất xử lý bề mặt được lắng phủ bằng các bốc hơi chân trong không ở những điều kiện bao gồm áp suất $3,0 \times 10^{-3}$ Pa và nhiệt độ gia nhiệt là 500°C. Lớp lắng phủ được đóng rắn trong môi trường 25°C và độ ẩm 50% trong thời gian 12 giờ, thu được lớp màng đóng rắn có độ dày 8 nm.

[0126]

Đánh giá khả năng chống thấm nước/dầu

[Đánh giá khả năng chống thấm nước/dầu ban đầu]

Sử dụng thiết bị đo góc tiếp xúc Drop Master (Kyowa Interface Science Co., Ltd.), lớp màng đóng rắn trên thủy tinh được đo đối với góc tiếp xúc với nước là chỉ số của khả năng chống thấm nước (giọt 2 µl, nhiệt độ 25°C, độ ẩm 40%). Các kết quả (góc tiếp xúc ban đầu với nước) được thể hiện trong Bảng 1.

Lúc đầu, tất cả các màng của các Ví dụ và các Ví dụ so sánh thể hiện khả năng chống thấm nước tuyệt vời.

[0127]

[Đánh giá độ bền mài mòn]

Sử dụng thiết bị thử nghiệm ma sát (Shinto Scientific Co., Ltd.), lớp màng đóng rắn trên thủy tinh được chà xát 10,000 chu trình trong các điều kiện được nêu dưới đây. Sau đó, lớp màng đóng rắn được đo theo cách tương tự đối với góc tiếp xúc với nước (khả năng chống thấm nước) là chỉ số của độ bền mài mòn. Các điều kiện môi trường của thử nghiệm bao gồm nhiệt độ 25°C và độ ẩm 40%. Các kết quả (góc tiếp xúc với nước sau khi mài mòn) được thể hiện trong Bảng 1.

Độ bền mài mòn với sợi thép

Sợi thép: BONSTER #0000
 Diện tích tiếp xúc: 1 cm²
 Khoảng cách dịch chuyển (one way): 40 mm
 Tốc độ dịch chuyển: 4,800 mm/phút
 Tải trọng: 1 kg/1 cm²

[0128]

[Bảng 1]

	Góc tiếp xúc ban đầu với nước (°)	Góc tiếp xúc với nước sau khi mài mòn (°)
Ví dụ 1	117	111
Ví dụ 2	115	110
Ví dụ so sánh 1	115	85
Ví dụ so sánh 2	114	113

[0129]

Các polyme của các Ví dụ 1 và 2 và Ví dụ so sánh 2, chứa ít nhất hai nhóm hoạt động có khả năng bám dính vào mặt nền, được bám dính chặt vào nền mang và được duy trì góc tiếp xúc với nước ít nhất là 110° thậm chí sau 10,000 chu trình của sợi thép mài mòn. Trái lại, polyme của Ví dụ so sánh 1, chứa chỉ một nhóm

hoạt động, không biểu hiện độ bền khi nhìn từ góc tiếp xúc với nước nhỏ hơn 100° sau 10,000 chu trình của sợi thép mài mòn.

[0130]

[Đánh giá độ trượt nước]

Sử dụng thiết bị đo góc tiếp xúc Drop Master (Kyowa Interface Science Co., Ltd.), lớp màng đóng rắn trên thủy tinh được đánh giá đối với các tính chất trượt nước. Các kết quả (góc trượt nước ban đầu) được thể hiện trong Bảng 2.

Trượt nước

Các giọt: 5 μl , 10 μl , 15 μl , 20 μl

Khoảng cách đánh giá dịch chuyển: 0,0536 mm

Chế độ nghiêng: liên tục

Số thử nghiệm: 8 lần (lấy giá trị trung bình)

[0131]

[Bảng 2]

	Góc trượt nước ban đầu ($^\circ$)			
Cỡ giọt (μl)	5	10	15	20
Ví dụ 1	18	14	14	12
Ví dụ 2	20	18	15	15
Ví dụ so sánh 1	10	12	15	11
Ví dụ so sánh 2	42	30	28	24

[0132]

Các polyme của các Ví dụ 1 và 2 và Ví dụ so sánh 1, không chứa nhóm phân cực, thể hiện thỏa mãn các tính chất trượt nước khi nhìn từ góc trượt nước lên đến 20° đối với cỡ giọt 5 μl và góc trượt nước lên đến 15° đối với cỡ giọt 20 μl . Trái lại, polyme của Ví dụ so sánh 2, chứa nhóm phân cực, thể hiện góc trượt nước lớn khi nhìn từ góc trượt nước vượt quá 20° đối với cỡ giọt 20 μl .

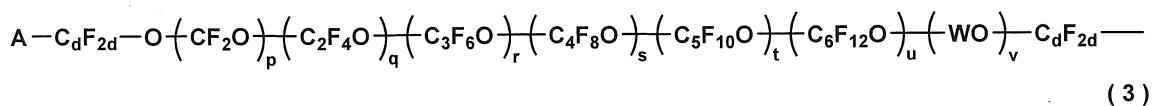
YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Polyme chứa flopolyete có công thức chung (1):



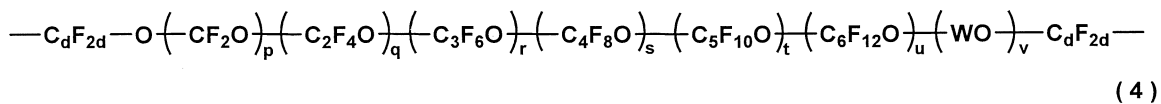
trong đó Rf là nhóm flooxyalkyl hoá trị một có công thức chung (3) dưới đây khi α bằng 1, và là nhóm flooxyalkyl hoá trị hai có công thức chung (4) dưới đây khi α bằng 2,

[Công thức 1]



trong đó A là flo, hydro, nhóm floalkyl hoặc nhóm floalkyl chứa ít nhất một nguyên tử hydro, W là nhóm C_1 - C_6 floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, mỗi d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, mỗi p, q, r, s, t, u và v là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 200, $p+q+r+s+t+u+v$ nằm trong khoảng từ 3 đến 200, mỗi đơn vị liên quan đến p, q, r, s, t, u và v có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p, q, r, s, t, u và v có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên,

[Công thức 2]

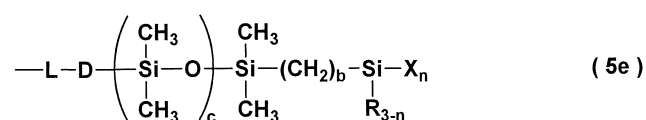
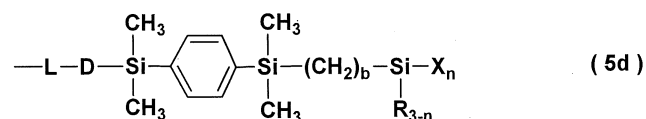
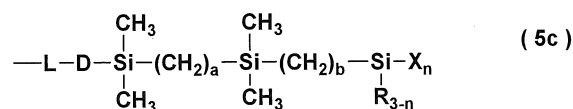
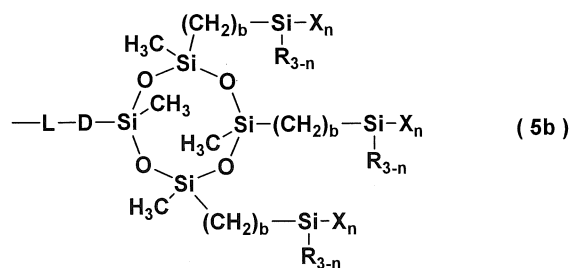


trong đó W là nhóm C_1 - C_6 floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, mỗi d độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, mỗi p, q, r, s, t, u và v là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 200, $p+q+r+s+t+u+v$ nằm trong khoảng từ 3 đến 200, mỗi đơn vị liên quan đến p, q, r, s, t, u và v có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p, q, r, s, t, u và v có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên,

V độc lập là nhóm có hoá trị một có nhóm silyl chứa hydroxy hoặc nhóm silyl dễ thủy phân ở cuối mạch, và α bằng 1 hoặc 2.

2. Polyme chứa flopolyete theo điểm 1, trong đó V là nhóm bất kỳ trong số các nhóm có công thức (5a) đến (5e) dưới đây.

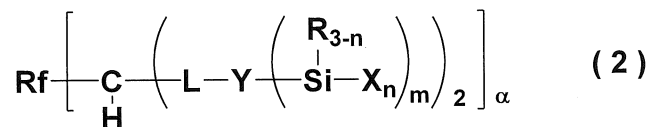
[Công thức 3]



trong đó, L là liên kết đơn hoặc nguyên tử khác loại có hoá trị hai, D là nhóm hữu cơ có hoá trị hai có 1-20 nguyên tử C mà có thể được flo hóa, mỗi R độc lập là nhóm C1-C4 alkyl hoặc nhóm phenyl, mỗi X độc lập là nhóm hydroxy hoặc nhóm dễ thủy phân, n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, “a” là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 6, b độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 8, và c là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 50, với điều kiện là khi V được liên kết với hai cacbon trong công thức (1), thì một L là liên kết đơn và L còn lại là nguyên tử khác loại có hoá trị hai.

3. Polyme chứa flopolyete theo điểm 1, có công thức chung (2):

[Công thức 4]



trong đó Rf là như được xác định trên đây,

mỗi L độc lập là liên kết đơn hoặc nguyên tử khác loại có hoá trị hai, mỗi Y độc lập là nhóm hydrocacbon có hóa trị từ 2 đến 6 có thể chứa nguyên tử silic và/hoặc liên kết siloxan, R độc lập là C1-C4 alkyl hoặc phenyl, X độc lập là nhóm hydroxy hoặc nhóm dễ thủy phân, n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, m là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5, và α bằng 1 hoặc 2.

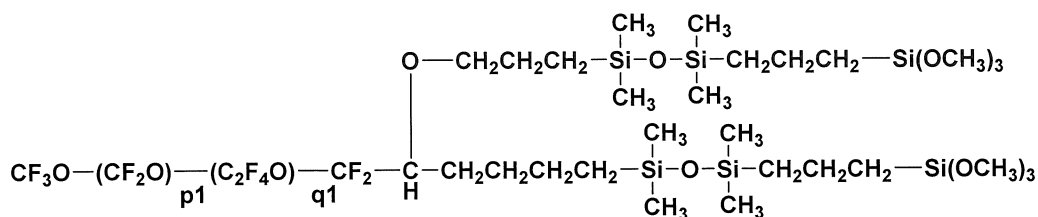
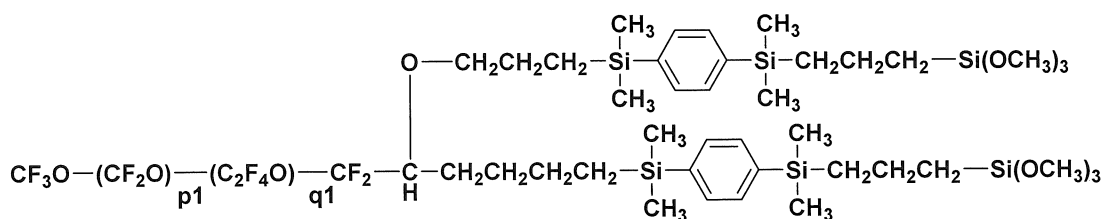
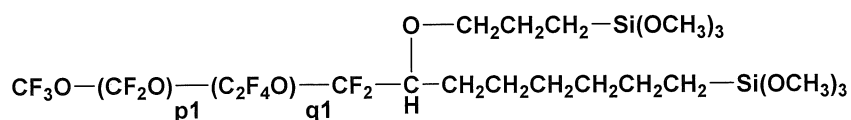
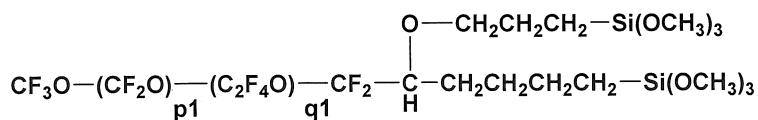
4. Polyme chứa flopolyete theo điểm 3, trong đó trong công thức (2), hai L có mặt ở một đầu của mạch phân tử khi $\alpha=1$, và hai L có mặt ở mỗi đầu đối diện của mạch phân tử khi $\alpha=2$; một L ở mỗi đầu của mạch phân tử là nguyên tử oxy, và L còn lại là liên kết đơn, và

mỗi Y độc lập là nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm C3-C10 alkylen, nhóm alkylen chứa C6-C8 arylen, nhóm có hoá trị 2 có các gốc alkylen liên kết thông qua cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen, nhóm có hóa trị từ 2 đến 4 có gốc C2-C10 alkylen được liên kết với liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng có hóa trị từ 2 đến 4 có từ 2 đến 10 nguyên tử silic, và nhóm có hóa trị từ 2 đến 4 có gốc C2-C10 alkylen được liên kết với liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng có hóa trị từ 2 đến 4 có 3 đến 10 nguyên tử silic.

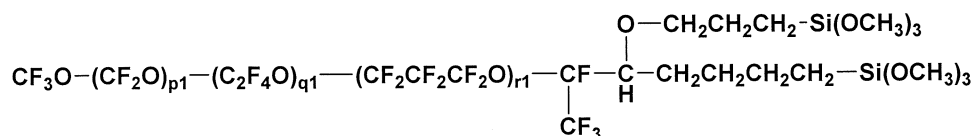
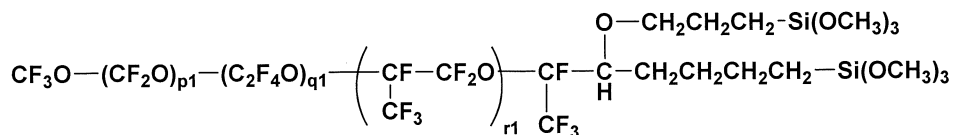
5. Polyme chứa flopolyete theo điểm 3 hoặc 4, trong đó trong công thức (2), mỗi X độc lập được chọn từ nhóm bao gồm hydroxy, nhóm C1-C10 alkoxy, nhóm C2-C10 alkoxyalkoxy, nhóm axyloxy C1-C10, nhóm C2-C10 alkenyloxy, và halogen.

6. Polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 3 đến 5, trong đó polyme có công thức (2) được chọn từ các polyme có các công thức sau:

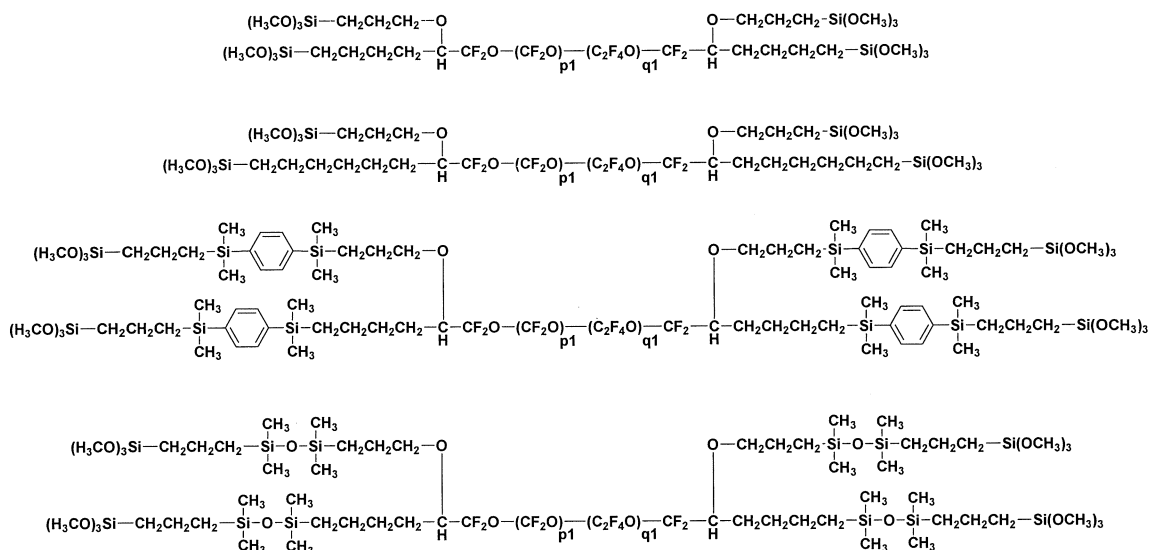
[Công thức 5]



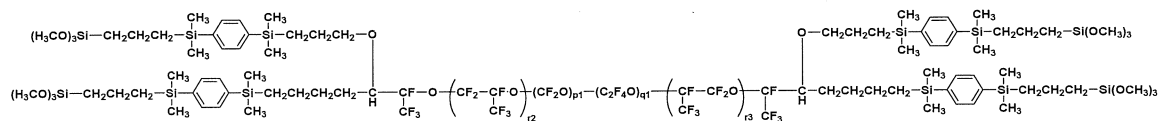
[Công thức 6]



[Công thức 7]



[Công thức 8]



trong đó p1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 100, q1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 100, r1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 100, r2 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 99, r3 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 99, tổng của p1, q1, r1, r2 và R3 là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110, và đơn vị lặp lại riêng lẻ trong các dấu ngoặc đơn với p1, q1, r1, r2, và r3 có thể được liên kết một cách ngẫu nhiên.

7. Chất xử lý bề mặt bao gồm polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 và/hoặc sản phẩm trùng ngưng (thủy phân) không hoàn toàn của nó.

8. Chất xử lý bề mặt theo điểm 8, trong đó trong công thức (1) hoặc (2), α là 1.

9. Vật phẩm được xử lý bề mặt bằng chất xử lý bề mặt theo điểm 7 hoặc 8.