



(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)



1-0048912

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

(13) B

(21) 1-2022-03247

(22) 27/11/2020

(86) PCT/JP2020/044129 27/11/2020

(87) WO2021/111992 10/06/2021

(30) 2019-218980 03/12/2019 JP

(45) 25/07/2025 448

(43) 25/10/2022 415A

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

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

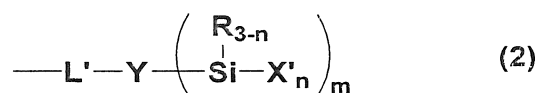
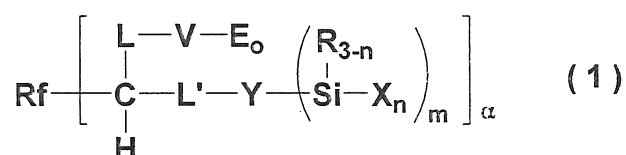
(72) SAKOH Ryusuke (JP); YAMANE Yuji (JP).

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

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

(21) 1-2022-03247

(57) Sáng chế đề cập đến polyme chứa floopolyete có công thức (1) và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân một phần) của nó có thể tạo ra màng phủ được hóa cứng có khả năng chống thấm nước/dầu và khả năng chống mài mòn rất cao; trong đó Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai; L là dị nguyên tử hóa trị hai; L' là liên kết đơn hoặc dị nguyên tử hóa trị hai; Y là nhóm hóa trị hai đến hóa trị sáu; R là nhóm alkyl hoặc nhóm phenyl; X là nhóm hydroxyl, nhóm có thể thủy phân hoặc nhóm có công thức (2); n nằm trong khoảng từ 1 đến 3 đối với mỗi Si; m nằm trong khoảng từ 1 đến 5; X' là nhóm hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân; V là liên kết đơn hoặc nhóm hóa trị hai đến hóa trị sáu; E là nhóm polyete hóa trị một; o nằm trong khoảng từ 1 đến 5; và α bằng 1 hoặc 2; chế phẩm xử lý bề mặt chứa polyme này; và vật phẩm có bề mặt được xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt này.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến polyme chứa flopolyete (hoặc hợp chất có gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai trong phân tử), cụ thể hơn sáng chế đề cập đến polyme chứa flopolyete có khả năng tạo màng phủ có khả năng chống thấm nước/dầu và khả năng chống mài mòn được cải thiện, chế phẩm xử lý bề mặt chứa polyme này và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó, và vật phẩm có bề mặt được xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Gần đây, nhu cầu gắn các bảng cảm ứng làm màn hình trên điện thoại di động và các màn hình khác ngày càng gia tăng. Trong khi bảng cảm ứng có màn hình trần, có nhiều khả năng ngón tay hoặc má tiếp xúc trực tiếp với màn hình. Không thể tránh khỏi, bảng cảm ứng dễ bị bám bẩn với các vết bẩn như bã nhờn. Có nhu cầu ngày càng tăng về phương pháp để đạt được khả năng chống bám dấu vân tay hoặc loại bỏ vết bẩn dễ dàng trên bề mặt màn hình để thu được hình dạng bề ngoài hoặc khả năng hiển thị tốt hơn. Do đó, cần có vật liệu có khả năng đáp ứng các yêu cầu này. Cụ thể là, đối với màn hình bảng cảm ứng dễ bị bám dính dấu vân tay, cần tạo ra lớp chống thấm nước/dầu trên bề mặt của chúng. Các lớp chống thấm nước/dầu đã biết có khả năng chống thấm nước/dầu cao và dễ dàng lau sạch vết bẩn, nhưng gặp phải vấn đề là đặc tính chống bám bẩn giảm trong quá trình sử dụng.

Nhìn chung, các hợp chất chứa flopolyete có khả năng chống thấm nước/dầu, khả năng chống chịu hóa chất, đặc tính trơn, đặc tính bóc tách, đặc tính chống bám bẩn và các đặc tính khác nhờ năng lượng tự do bề mặt cực thấp của chúng. Do ưu điểm của các đặc tính này, các hợp chất chứa flopolyete được sử dụng trong nhiều lĩnh vực công nghiệp như chế phẩm chống bám bẩn có khả năng chống thấm nước/dầu cho giấy và hàng dệt, chế phẩm làm trơn cho phương tiện ghi có từ tính, chế phẩm chống thấm dầu cho dụng cụ chính xác, chế phẩm bóc tách, thành phần mỹ phẩm, màng bảo vệ và các lĩnh vực tương tự. Ngược lại, các đặc tính tương tự này cho thấy các hợp chất chứa flopolyete có đặc tính không dính hoặc không bám dính với các nền khác. Ngay cả khi

các hợp chất chứa flopolyete có thể được phủ lên bề mặt nền, thì màng phủ cũng khó bám dính chắc vào bề mặt nền.

Mặt khác, các hợp chất ghép cặp silan được biết đến là có khả năng liên kết bề mặt của thủy tinh hoặc nền vải với các hợp chất hữu cơ. Các hợp chất ghép cặp silan được sử dụng rộng rãi làm chế phẩm tạo màng phủ bề mặt cho nhiều nền. Hợp chất ghép cặp silan chứa nhóm chức hữu cơ và nhóm silyl phản ứng (thường là silyl có thể thủy phân như alkoxysilyl) trong phân tử. Trong sự có mặt của ẩm trong không khí hoặc yếu tố tương tự, các nhóm silyl có thể thủy phân trải qua phản ứng tự ngưng tụ để tạo ra màng phủ. Các nhóm silyl có thể thủy phân tạo ra liên kết hóa học và vật lý với bề mặt của thủy tinh hoặc kim loại, nhờ đó màng phủ trở thành màng phủ cứng có độ bền cao.

Tài liệu sáng chế 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) đề cập đến chế phẩm chứa polyme chứa flopolyete được điều chế bằng cách đưa nhóm silyl có thể thủy phân vào hợp chất chứa flopolyete, chế phẩm này bám dính chắc vào bề mặt nền và có khả năng tạo ra màng phủ có khả năng chống thấm nước/dầu, khả năng chống chịu hóa chất, đặc tính trơn, đặc tính bóc tách, đặc tính chống bám bẩn và các đặc tính khác trên bề mặt nền.

Khi ống thủy tinh và màng chống phản xạ được xử lý bề mặt bằng chế phẩm chứa polyme chứa flopolyete được điều chế bằng cách đưa nhóm silyl có thể thủy phân vào hợp chất chứa flopolyete, thì các màng phủ hóa cứng có độ bền chống mài mòn với len thép được cải thiện, nhưng có độ bền chống mài mòn với dụng cụ cạo kém, hoặc không có độ bền chống mài mòn đầy đủ.

Tài liệu viện dẫn

Tài liệu sáng chế 1: JP-T 2008-534696

Tài liệu sáng chế 2: JP-T 2008-537557

Tài liệu sáng chế 3: JP-A 2012-072272

Tài liệu sáng chế 4: JP-A 2012-157856

Tài liệu sáng chế 5: JP-A 2013-136833

Tài liệu sáng chế 6: JP-A 2015-199906

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

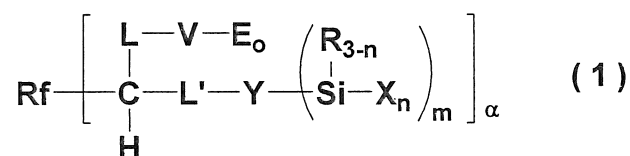
Để khắc phục được các vấn đề bất cập nêu trên, mục đích của sáng chế là đề cập đến polyme chứa flopolyete có khả năng tạo ra màng phủ hóa cứng có khả năng chống thấm nước/dầu và khả năng chống mài mòn được cải thiện, chế phẩm xử lý bề mặt chứa polyme này và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó, và vật phẩm có bề mặt được xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt.

Thông qua các nghiên cứu chuyên sâu để đạt được mục đích nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện thấy rằng trong số các polyme chứa flopolyete nêu trên, polyme chứa flopolyete có nhóm silyl chứa hydroxy hoặc nhóm silyl có thể thủy phân, có công thức (1), được thể hiện dưới đây, là hữu hiệu trong đó chế phẩm xử lý bề mặt chứa polyme này và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó có khả năng tạo ra màng phủ hóa cứng có improved khả năng chống thấm nước/dầu và khả năng chống mài mòn với dụng cụ cạo được cải thiện; và hoàn thành sáng chế.

Theo đó, sáng chế đề cập đến polyme chứa flopolyete (hoặc hợp chất có gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai trong phân tử), chế phẩm xử lý bề mặt, và vật phẩm như được mô tả dưới đây.

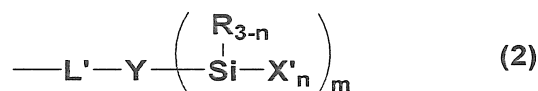
1. Polyme chứa flopolyete có công thức (1):

[Công thức hóa học 1]



trong đó Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai, L độc lập là dị nguyên tử hóa trị hai, L' độc lập là liên kết đơn hoặc dị nguyên tử hóa trị hai, Y độc lập là nhóm hydrocarbon hóa trị hai đến hóa trị sáu có thể chứa ít nhất một phần tử được chọn từ nguyên tử oxy, nguyên tử silic và liên kết siloxan, R độc lập là C₁-C₄ alkyl hoặc phenyl, X độc lập là hydroxy hoặc nhóm có thể thủy phân, hoặc nhóm có công thức (2):

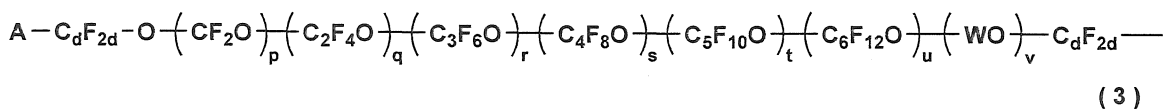
[Công thức hóa học 2]



trong đó n độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3 đối với mỗi nguyên tử silic, m độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5, X' là hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân, Y độc lập là liên kết đơn hoặc nhóm hóa trị hai đến hóa trị sáu được chọn từ nhóm silalkylen, nhóm silarylen, các gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 2 đến 10 nguyên tử silic hoặc các gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 3 đến 10 nguyên tử silic, E độc lập là nhóm polyete hóa trị một, o độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5, và α bằng 1 hoặc 2.

2. Polyme chứa flopolyete theo phương án 1, trong đó α trong công thức (1) bằng 1, và Rf là nhóm có công thức (3):

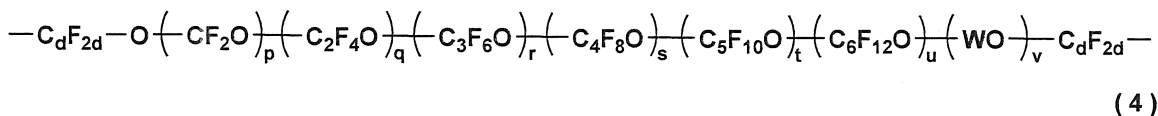
[Công thức hóa học 3]



trong đó A là flo, hydro, hoặc nhóm floalky được kết thúc bằng nhóm ---CF_3 , W độc lập là nhóm floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, d độc lập với nhau 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 các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với p, q, r, s, t, u và v có thể được liên kết ngẫu nhiên.

3. Polyme chứa flopolyete theo phương án 1, trong đó α trong công thức (1) bằng 2, và Rf là nhóm có công thức (4):

[Công thức hóa học 4]

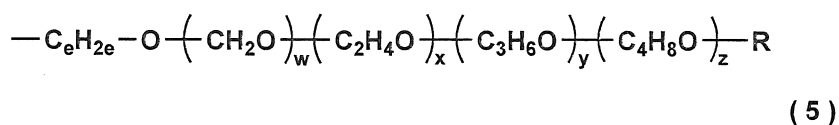


trong đó W độc lập là nhóm floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, d độc lập với nhau là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, mỗi p, q, r, s, t, u và v là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 200, $p+q+r+s+t+u+v$ nằm trong khoảng từ 3 đến 200, mỗi đơn vị liên quan đến p, q, r, s, t, u và v có thể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

4. Polyme chứa flopolyete theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 3, trong đó trong công thức (1), Y là nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm C3-C10 alkylen, nhóm alkylen chứa C₆-C₈ arylen, nhóm hóa trị hai có các gốc alkylen được liên kết thông qua cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen, nhóm hóa trị hai đến hóa trị bốn có gốc C₂-C₁₀ alkylen được liên kết với liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai đến hóa trị bốn có từ 2 đến 10 nguyên tử silic hoặc nhóm hóa trị hai đến hóa trị bốn có gốc C₂-C₁₀ alkylen được liên kết với liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng hóa trị hai đến hóa trị bốn có từ 3 đến 10 nguyên tử silic.

5. Polyme chứa flopolyete theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 4, trong đó E trong công thức (1) là nhóm có công thức (5):

[Công thức hóa học 5]



trong đó R là C₁-C₄ alkyl hoặc phenyl, e là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4, mỗi w, x, y và z là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 30, $w+x+y+z$ nằm trong khoảng từ 1 đến 50, mỗi đơn vị liên quan đến w, x, y và z có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với w, x, y và z có thể được liên kết ngẫu nhiên.

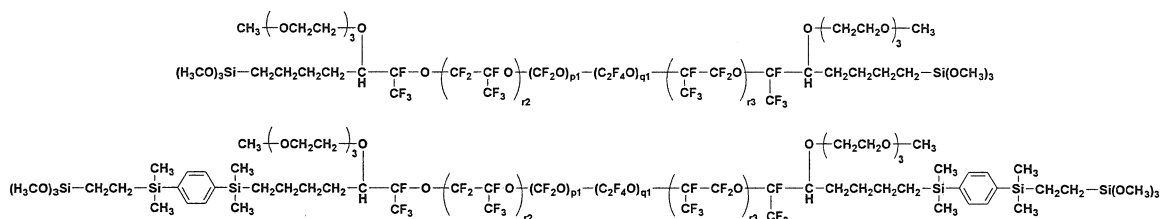
6. Polyme chứa flopolyete theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 5, trong đó trong công thức (1), X độc lập với nhau là được chọn từ nhóm bao gồm hydroxy, nhóm C₁-C₁₀ alkoxy, nhóm C₂-C₁₀ alkoxyalkoxy, nhóm C₁-C₁₀ acyloxy, nhóm C₂-C₁₀ alkenyloxy, và halogen.

7. Polyme chứa flopolyete theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 6, trong đó polyme có công thức (1) được chọn từ các polyme có công thức sau:

[Công thức hóa học 6]

$$\begin{array}{c} \text{CF}_3\text{O}-(\text{CF}_2\text{O})_{p1}-(\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_{q1}-\left(\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CF}_2\text{O}\right)_{r1}-\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CH}(\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_3\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \\ \\ \text{CF}_3\text{O}-(\text{CF}_2\text{O})_{p1}-(\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_{q1}-(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_{r1}-\text{CF}_2\text{CF}_2-\text{CH}(\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_3\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \\ \\ \text{C}_3\text{F}_7\text{O}-\left(\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CF}_2\text{O}\right)_{r1}-\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CH}(\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_3\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \end{array}$$
[illegible]

8



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 các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với p_1 , q_1 , r_1 , r_2 , và r_3 có thể được liên kết ngẫu nhiên.

8. Chế phẩm xử lý bề mặt chứa polyme chứa flopolyete theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 7 và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó.

9. Chế phẩm xử lý bề mặt theo phương án 8, trong đó nhóm flopolyete trong polyme chứa flopolyete là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một ở một đầu của chuỗi phân tử.

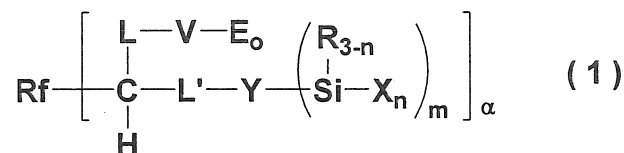
10. Vật phẩm có bề mặt được xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt theo phương án 8 hoặc 9.

Polyme chứa flopolyete theo sáng chế có độ bám dính và khả năng thấm ướt nền được cải thiện. Vật phẩm được xử lý bề mặt bằng chế phẩm xử lý bề mặt chứa polyme theo sáng chế và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó có khả năng chống thấm nước/dầu và khả năng chống mài mòn với dụng cụ cạo được cải thiện.

Mô tả chi tiết sáng chế

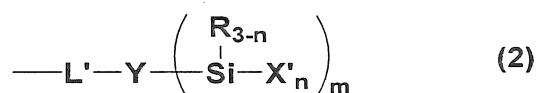
Sáng chế đề cập đến polyme chứa flopolyete có nhóm flopolyete và nhóm chức phản ứng và cũng có nhóm polyete trong phân tử, có công thức (1). Các polyme chứa flopolyete theo sáng chế có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp hai hoặc nhiều polyme này.

[Công thức hóa học 10]



trong đó Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai, L độc lập là dị nguyên tử hóa trị hai, L' độc lập là liên kết đơn hoặc dị nguyên tử hóa trị hai, Y độc lập là nhóm hydrocarbon hóa trị hai đến hóa trị sáu có thể chứa ít nhất một phân tử được chọn từ nguyên tử oxy, nguyên tử silic và liên kết siloxan, R độc lập là C₁-C₄ alkyl hoặc phenyl, X độc lập là hydroxy hoặc nhóm có thể thủy phân, hoặc nhóm có công thức (2):

[Công thức hóa học 11]



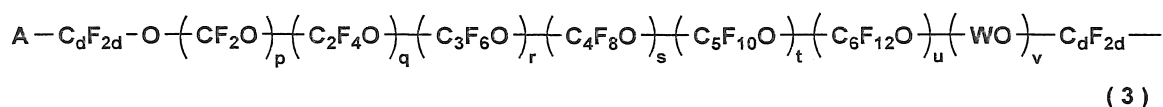
trong đó n độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3 đối với mỗi nguyên tử silic, m độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5, X' là hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân, V độc lập là liên kết đơn hoặc nhóm hóa trị hai đến hóa trị sáu được chọn từ nhóm silalkylen, nhóm silarylen, các gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 2 đến 10 nguyên tử silic hoặc các gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 3 đến 10 nguyên tử silic, E độc lập là nhóm polyete hóa trị một, o độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5, và α bằng 1 hoặc 2.

Thuật ngữ “khoảng (trị số)” là trị số (trị số gần đúng) được xác định bằng cách tính các phân số quá 1/2 là một và bỏ qua phần còn lại, và khi chữ số nhỏ nhất của trị số được mô tả không bằng “0”, bao gồm khoảng trị số trong đó trị số được mô tả được xác định bằng cách tính các phân số của chữ số nhỏ hơn chữ số nhỏ nhất quá 1/2 là một và bỏ qua phần còn lại. Ví dụ, “khoảng 3 đương lượng” có nghĩa là nằm trong khoảng từ 2,5 đương lượng đến 3,4 đương lượng, và “khoảng 0,02 đương lượng” có nghĩa là nằm trong khoảng từ 0,015 đương lượng đến 0,024 đương lượng. Khi chữ số nhỏ nhất của trị số được mô tả bằng “0”, thuật ngữ “khoảng (trị số)” bao gồm khoảng trị số trong đó trị số được mô tả được xác định bằng cách tính các phân số của chữ số nhỏ nhất quá 1/2 là một và bỏ qua phần còn lại. Ví dụ, “khoảng 50°C” có nghĩa là nằm trong khoảng từ 45°C đến 54°C.

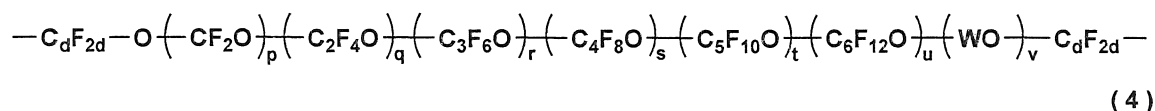
Polyme chứa flopolyete theo sáng chế có cấu trúc mà nhóm flooxyalkyl hóa trị một hoặc nhóm flooxyalkylen hóa trị hai (tức là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai) và nhóm silyl có thể thủy phân như alkoxysilyl hoặc nhóm silyl chứa hydroxy được liên kết thông qua nhóm liên kết, và có ít nhất một nhóm silyl có thể thủy phân như alkoxysilyl hoặc các nhóm silyl chứa hydroxy trong phân tử, và polyme chứa flopolyete có nhóm polyete ở đầu tận cùng mạch nhánh khác với nhóm silyl có thể thủy phân hoặc nhóm silyl chứa nhóm hydroxyl. Do có cấu trúc này, polyme theo sáng chế có độ bám dính và khả năng thấm ướt nền được cải thiện và có khả năng chống thấm nước/dầu và khả năng chống mài mòn với dụng cụ cạo rất cao.

Trong công thức (1), Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai, tốt hơn nếu nhóm flopolyete hóa trị một có công thức (3) khi α bằng 1 (tức là Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một), hoặc nhóm flopolyete hóa trị hai có công thức (4) khi α bằng 2 (tức là Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị hai).

[Công thức hóa học 12]



[Công thức hóa học 13]



trong đó A là flo, hydro, hoặc nhóm floalky được kết thúc bằng nhóm $-CF_3$, W độc lập là nhóm floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, d độc lập với nhau 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 các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với p, q, r, s, t, u và v có thể được liên kết ngẫu nhiên.

Trong công thức (3), A là flo, hydro, hoặc nhóm floalky được kết thúc bằng nhóm $-CF_3$, tốt hơn nếu flo.

Trong công thức (3) và (4), W là nhóm floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, ví dụ về nhóm này bao gồm các nhóm perfloalkylen như các đơn vị CF_2 , C_2F_4 , C_3F_6 , C_4F_8 , C_5F_{10} và C_6F_{12} trong đó một hoặc hai nguyên tử flo được thế bằng hydro.

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

Ngoài ra, mỗi p, q, r, s, t, u và v là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 200, tốt hơn nếu p là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 100, q là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 100, r là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 100, s là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 100, t là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 100, u là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 100, v là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 100, $p+q+r+s+t+u+v$ nằm trong khoảng từ 3 đến 200, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 10 đến 110, $p+q$ là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 105, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng 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, thì khả năng bám dính và khả năng hóa cứng đạt yêu cầu, và khi $p+q+r+s+t+u+v$ không nhỏ hơn giới hạn dưới, thì các đặc tính của nhóm flopolyete có thể được phát triển đầy đủ.

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

Ví dụ về Rf được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 14]



trong đó mỗi p' , q' , r' , s' , t' và u' là số nguyên ít nhất bằng 1, giới hạn trên của chúng là tương đương với giới hạn trên của p , q , r , s , t và u , mỗi $v1'$ và $v2'$ là số nguyên ít nhất bằng 1, và giới hạn trên của tổng của $v1'$ và $v2'$ là tương đương với giới hạn trên của v , và tổng của p' , q' , r' , s' , t' , u' , $v1'$ và $v2'$ nằm trong khoảng từ 3 đến 200; mỗi $r2'$ và $r3'$ là số nguyên ít nhất bằng 1, và tổng của $r2'$ và $r3'$ nằm trong khoảng từ 2 đến 199.

Ngoài ra, các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với p' , q' , r' , s' , t' , u' , $v1'$ và $v2'$ có thể được liên kết ngẫu nhiên.

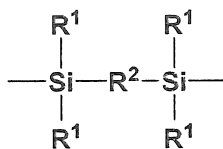
Trong công thức (1), L độc lập là dị nguyên tử hóa trị hai, L' độc lập là liên kết đơn hoặc dị nguyên tử hóa trị hai. Ví dụ về dị nguyên tử hóa trị hai bao gồm oxy, nitơ và lưu huỳnh. Tốt hơn nếu L là nguyên tử oxy, và tốt hơn nếu L là' là liên kết đơn hoặc oxy, tốt hơn nữa nếu liên kết đơn.

Trong công thức (1), Y độc lập là nhóm hydrocarbon hóa trị hai đến hóa trị sáu, tốt hơn nếu nhóm hydrocarbon hóa trị hai đến hóa trị bốn, tốt hơn nữa nếu nhóm hydrocarbon hóa trị hai có thể chứa ít nhất một phần tử được chọn từ nguyên tử oxy, nguyên tử silic, và liên kết siloxan.

Cụ thể, Y là nhóm C_3 - C_{10} alkylen như propylen, butylen hoặc hexametylen, nhóm alkylen chứa C_6 - C_8 arylen như phenylen (ví dụ nhóm alkylen arylen có từ 8 đến 16 nguyên tử cacbon), nhóm hóa trị hai có các gốc alkylen được liên kết thông qua nguyên tử oxy, nhóm hóa trị hai có các gốc alkylen được liên kết thông qua cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen, hoặc nhóm hóa trị hai đến hóa trị sáu có gốc C_2 - C_{10} alkylen được liên kết với liên kết hóa trị của các gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 2 đến 10 nguyên tử silic, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 2 đến 5 nguyên tử silic hoặc gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 3 đến 10 nguyên tử silic, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 3 đến 5 nguyên tử silic; tốt hơn nếu nhóm C_3 - C_{10} alkylen, nhóm alkylen chứa phenylen, nhóm hóa trị hai có các gốc alkylen được liên kết thông qua cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen, nhóm hóa trị hai đến hóa trị bốn có gốc C_2 - C_{10} alkylen được liên kết với liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai đến hóa trị bốn có từ 2 đến 10 nguyên tử silic, hoặc nhóm hóa trị hai đến hóa trị bốn 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 hóa trị hai đến hóa trị bốn có từ 3 đến 10 nguyên tử silic; tốt nhất nếu nhóm C_3 - C_6 alkylen.

Ví dụ về cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen bao gồm cấu trúc sau.

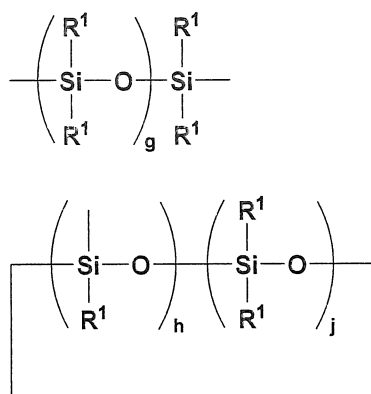
[Công thức hóa học 15]



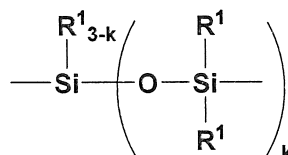
trong đó R^1 có thể giống hoặc khác nhau là nhóm $\text{C}_1\text{-C}_4$ alkyl như metyl, etyl, propyl hoặc butyl, hoặc nhóm $\text{C}_6\text{-C}_{10}$ aryl như phenyl. R^2 là nhóm $\text{C}_1\text{-C}_4$ alkylen như metylen, etylen hoặc propylen (trimetylen, metyletylen), hoặc nhóm $\text{C}_6\text{-C}_{10}$ arylen như phenylen.

Ví dụ về các gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 2 đến 10 nguyên tử silic, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 2 đến 5 nguyên tử silic hoặc gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 3 đến 10 nguyên tử silic, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 3 đến 5 nguyên tử silic được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 16]



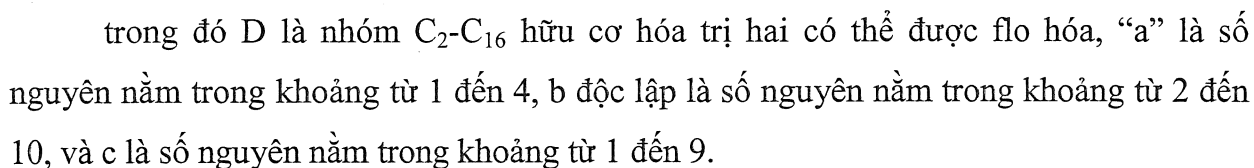
[Công thức hóa học 17]



trong đó, R^1 được định nghĩa như nêu trên, g là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 9, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 4, h là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 6, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 2 đến 4, j là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 8, tốt hơn nếu 0 hoặc 1, $h+j$ là số nguyên nằm trong khoảng từ 3 đến 10, tốt hơn nếu nằm

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

[Công thức hóa học 18]



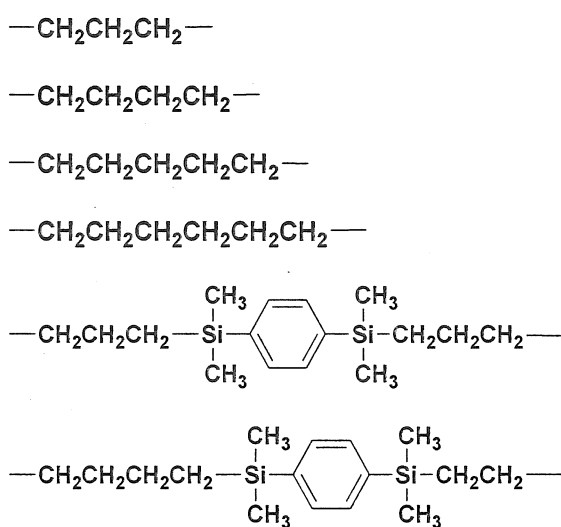
Cụ thể là, D là nhóm C₂-C₁₆, tốt hơn nếu nhóm C₂-C₈ hữu cơ hóa trị hai có thể được flo hóa, tốt hơn nếu nhóm hydrocarbon hóa trị hai C₂-C₁₆, tốt hơn nữa nếu nhóm hydrocarbon hóa trị hai C₂-C₈ có thể được flo hóa. Ví dụ về nhóm hydrocarbon hóa trị hai bao gồm các nhóm alkylen như metylen, etylen, propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, metylpropylen), hexametylen, và octametylen, các nhóm arylen như phenylen, hoặc tổ hợp của ít nhất hai nhóm trong số các nhóm nêu trên (ví dụ các nhóm alkylen arylen), và các dạng được thể của các nhóm nêu trên trong đó một số hoặc

toàn bộ các nguyên tử hydro được thế bằng các nguyên tử flo. Tốt hơn nếu D là etylen, propylen, butylen, hexametylen hoặc phenylen.

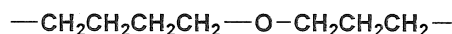
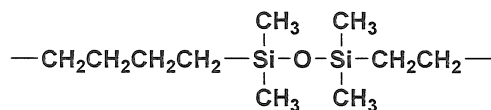
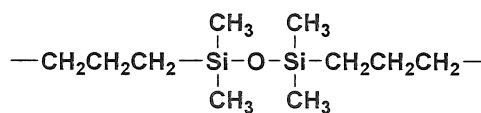
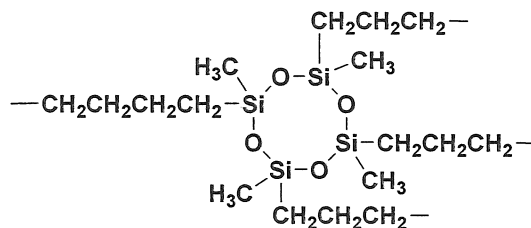
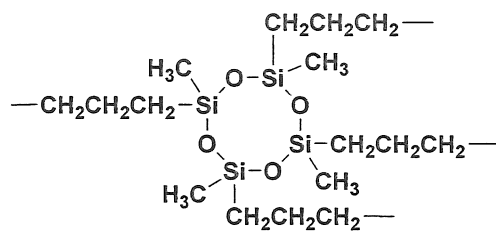
Chỉ số dưới “a” là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 3, b độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 10, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 2 đến 6, và c là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 9, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 4.

Ví dụ cụ thể về Y bao gồm các nhóm sau.

[Công thức hóa học 19]



[Công thức hóa học 20]



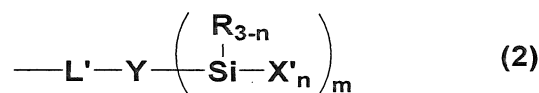
Trong công thức (1), m là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5. Khi m nhỏ hơn 1, thì khả năng bám dính với nền nhỏ. Khi m bằng 6 hoặc cao hơn, thì trị số alkoxy tận cùng trở nên quá cao và ảnh hưởng bất lợi đến đặc tính. Tốt hơn nếu m là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, tốt nhất nếu m bằng 1.

Trong công thức (1), R độc lập là nhóm C₁-C₄ alkyl như metyl, etyl, propyl hoặc butyl, hoặc phenyl. Trong số các nhóm này, metyl được ưu tiên.

Ngoài ra, n độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, tốt hơn nếu 2 hoặc 3, và tốt nhất nếu n bằng 3 dưới góc độ khả năng phản ứng và khả năng bám dính với nền.

Trong công thức (1), X độc lập là hydroxy hoặc nhóm có thể thủy phân, hoặc nhóm có công thức (2):

[Công thức hóa học 21]



trong đó L', Y, R, m và n được định nghĩa như nêu trên, và X' là hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân.

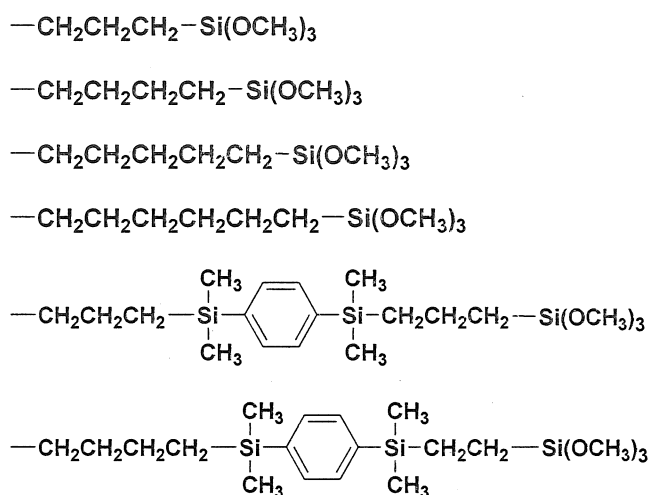
Ví dụ về nhóm có thể thủy phân bao gồm nhóm C₁-C₁₀ alkoxy như metoxy, etoxy, propoxy, isopropoxy, và butoxy, nhóm C₂-C₁₀ alkoxyalkoxy như metoxymetoxi và metoxyetoxi, nhóm C₁-C₁₀ acyloxy như axetoxi, nhóm C₂-C₁₀ alkenyloxy như isopropenoxi, và nhóm halogen như clo, brom hoặc iot.

Trong số các nhóm này, metoxi, etoxi, isopropenoxi và clo được ưu tiên sử dụng làm nhóm có thể thủy phân.

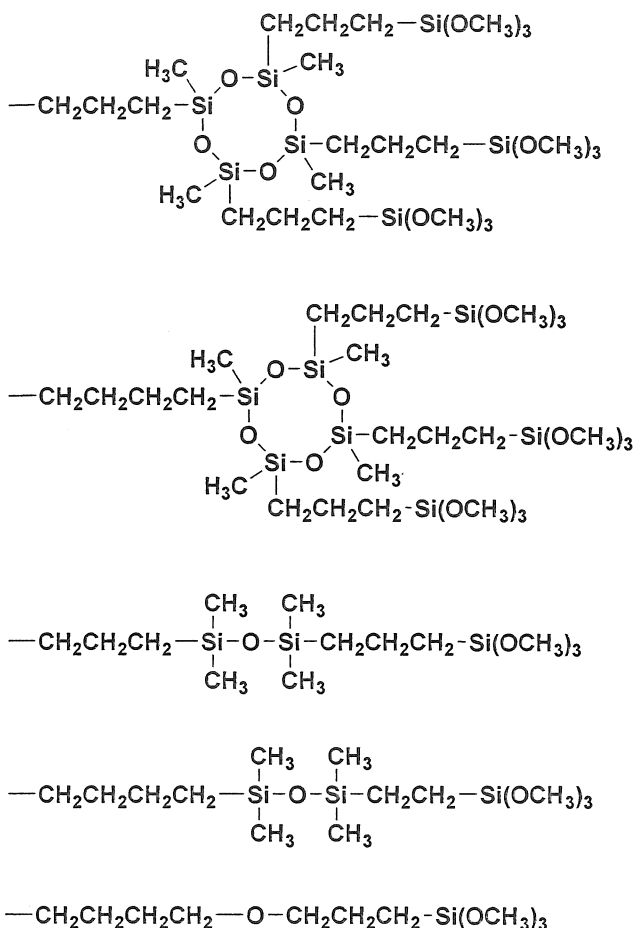
Trong công thức (2), X' là hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân, và ví dụ về nhóm có thể thủy phân bao gồm các nhóm tương tự như các nhóm được mô tả nêu trên.

Ví dụ về nhóm có công thức (2) bao gồm các nhóm sau.

[Công thức hóa học 22]



[Công thức hóa học 23]



Trong số các nhóm này, metoxy, etoxy, isopropenoxi và clo được ưu tiên sử dụng làm X.

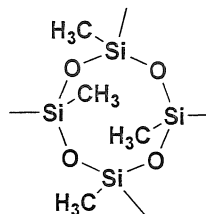
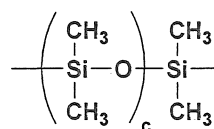
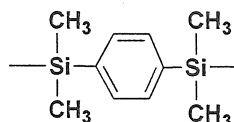
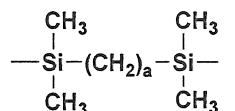
Trong công thức (1), V độc lập là liên kết đơn hoặc nhóm hóa trị hai đến hóa trị sáu được chọn từ nhóm silalkylen, nhóm silarylen, các gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 2 đến 10 nguyên tử silic hoặc các gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 3 đến 10 nguyên tử silic.

Cụ thể là, ví dụ về nhóm silalkylen và nhóm silarylen có thể bao gồm các nhóm tương tự như cấu trúc silalkylen và cấu trúc silarylen được lấy làm ví dụ cho Y.

Ngoài ra, ví dụ về các gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 2 đến 10 nguyên tử silic hoặc các gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 3 đến 10 nguyên tử silic bao gồm các nhóm tương tự như các gốc polysiloxan hữu cơ hóa trị hai đến hóa trị sáu được lấy làm ví dụ cho Y.

Ví dụ về nhóm hóa trị hai đến hóa trị sáu được chọn từ nhóm silalkylen, nhóm silarylen, các gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 2 đến 10 nguyên tử silic hoặc các gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 3 đến 10 nguyên tử silic của V bao gồm các nhóm có công thức sau.

[Công thức hóa học 24]

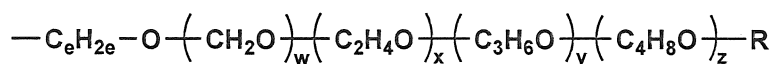


Trong đó a và c được định nghĩa như nêu trên.

Tốt hơn nếu V là liên kết đơn, nhóm silarylen, hoặc gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai có từ 2 đến 10 nguyên tử silic.

Trong công thức (1), E độc lập là nhóm polyete hóa trị một, tốt hơn nếu có đơn vị lặp lại chứa nhóm C₁-C₄ oxyalkylen và tốt hơn nữa nếu là nhóm có công thức (5):

[Công thức hóa học 25]



(5)

trong đó R được định nghĩa như nêu trên, e là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4, mỗi w, x, y và z là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 30, w+x+y+z nằm trong khoảng từ 1 đến 50, mỗi đơn vị liên quan đến w, x, y và z có thể là mạch thẳng hoặc

mạch nhánh, và các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với w, x, y và z có thể được liên kết ngẫu nhiên.

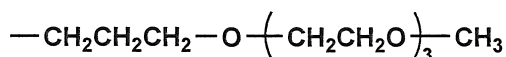
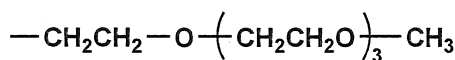
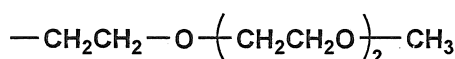
Trong công thức (5), R được định nghĩa như nêu trên, và là C₁-C₄ alkyl hoặc phenyl, tốt hơn nếu methyl.

Trong công thức (5), e là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4, tốt hơn nếu số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, tốt hơn nữa nếu 2 hoặc 3. Ngoài ra, w, x, y và z are mỗi số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 30, tốt hơn nếu, w là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 15, x là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 15, y là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 15, và z là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 15, và w+x+y+z nằm trong khoảng từ 1 đến 50, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 2 đến 30, tốt hơn nữa nếu x nằm trong khoảng từ 2 đến 15, và w=y=z=0. Khi w+x+y+z không lớn hơn giới hạn trên value, thì các đặc tính của nhóm polyete có thể được phát triển đầy đủ, và khi w+x+y+z không nhỏ hơn giới hạn dưới, khả năng chống mài mòn với dụng cụ cạo có thể được phát triển đầy đủ.

Trong công thức (5), mỗi đơn vị có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh. Ngoài ra, các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với w, x, y và z có thể được liên kết ngẫu nhiên.

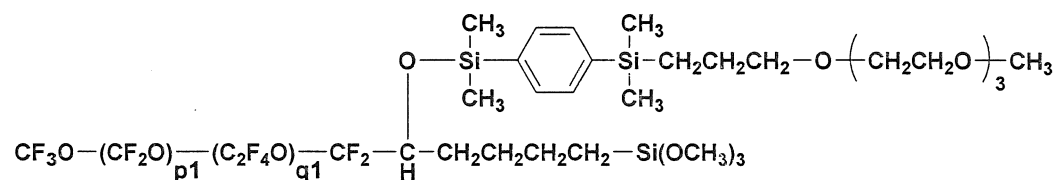
Ví dụ cụ thể về E bao gồm các nhóm sau.

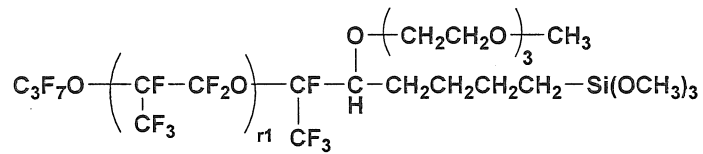
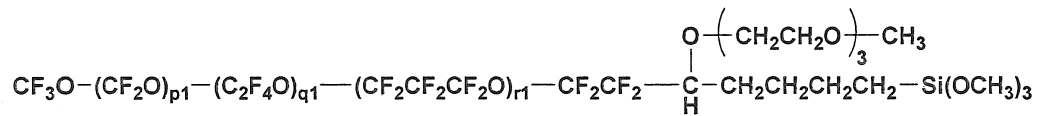
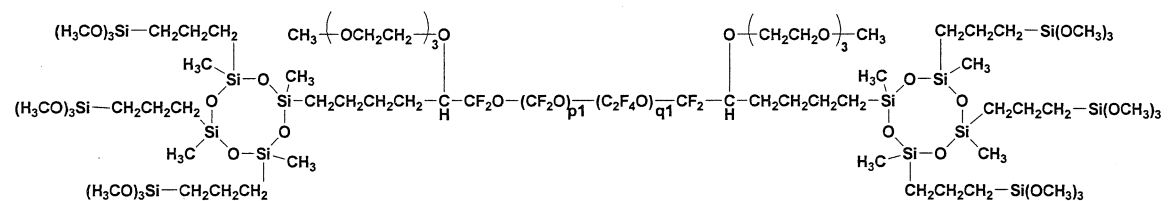
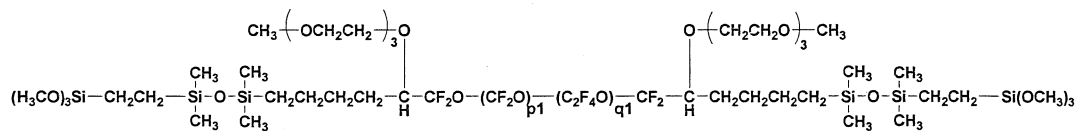
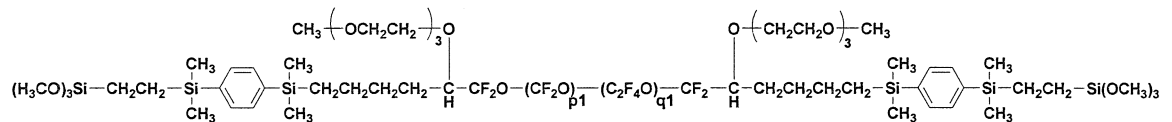
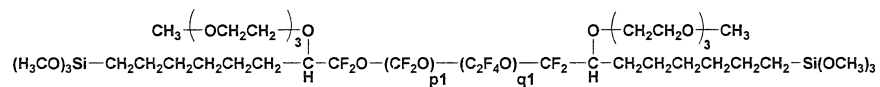
[Công thức hóa học 26]



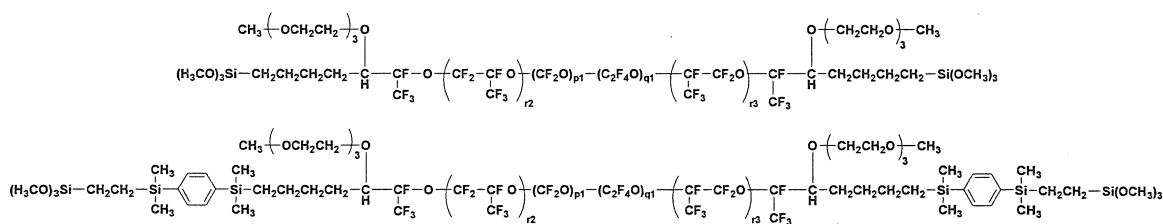
Ví dụ về polyete chứa floopolyete có công thức (1) bao gồm các polyete có các công thức sau. Trong mỗi công thức, số lần lặp lại (hoặc mức độ polyete hóa) của các đơn vị lặp lại cấu thành nhóm flooxyalkyl hoặc nhóm flooxyalkylen (gốc polyete chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai) được thể hiện dưới đây, mặc dù số lần lặp lại này có thể là số tùy ý thỏa mãn công thức (3) và (4).

[Công thức hóa học 27]



$$\text{CF}_3\text{O}-(\text{CF}_2\text{O})_{p1}-(\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_{q1}-\left(\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CF}_2\text{O}\right)_{r1}-\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CH}\left(\text{O}-\left(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}\right)_3\text{CH}_3\right)-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$$

$$\text{CH}_3 \left(\text{OCH}_2\text{CH}_2 \right)_3 \text{O} \left(\text{H}_3\text{CO} \right)_3\text{Si} - \text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2 - \underset{\text{H}}{\text{C}} - \text{CF}_2\text{O} - \left(\text{CF}_2\text{O} \right)_{p1} - \left(\text{C}_2\text{F}_4\text{O} \right)_{q1} - \text{CF}_2 - \underset{\text{H}}{\text{C}} - \text{O} \left(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O} \right)_3 \text{CH}_3 - \text{Si} \left(\text{OCH}_3 \right)_3$$


[Công thức hóa học 30]

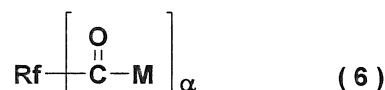


trong đó p_1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 100, q_1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 5 đến 100, r_1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 100, r_2 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 99, r_3 là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 99, tổng của p_1 , q_1 , r_1 , r_2 và r_3 (ví dụ p_1+q_1 , $p_1+q_1+r_1$, hoặc $p_1+q_1+r_2+r_3$) là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110. Các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với p_1 , q_1 , r_1 , r_2 , và r_3 có thể được liên kết ngẫu nhiên.

Polyme chứa flopolyete có công thức (1) trong đó $\alpha=1$ (tức là R_f là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một) hoặc $\alpha=2$ (tức là R_f là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị hai) có thể được điều chế bằng phương pháp sau.

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

[Công thức hóa học 31]

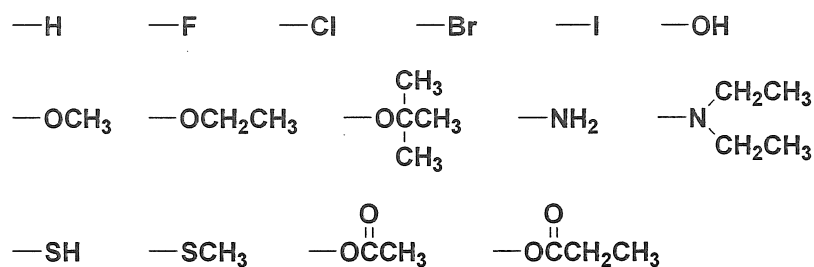


trong đó R_f và α được định nghĩa như nêu trên, và M là nhóm hóa trị một có thể loại bỏ được cho phản ứng với chất phản ứng kim loại hữu cơ có liên kết đôi béo không no (vị trí olefin) ở một đầu và β -hydro (tức là nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử cacbon ở vị trí β so với nguyên tử kim loại), tốt hơn nếu trong sự có mặt của dung môi.

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

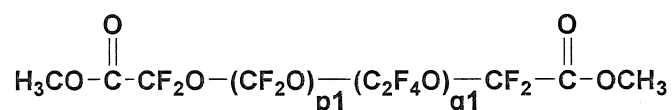
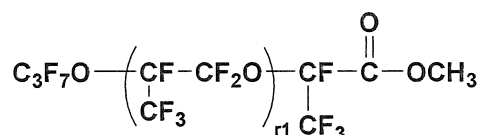
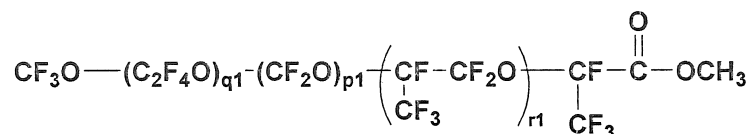
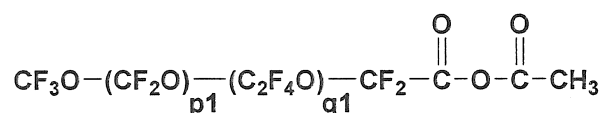
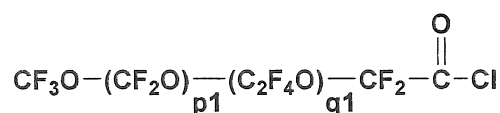
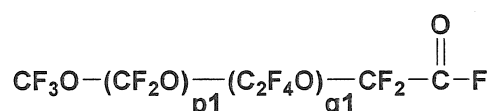
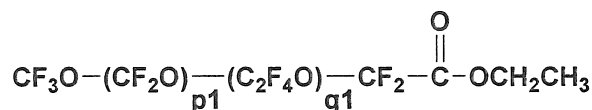
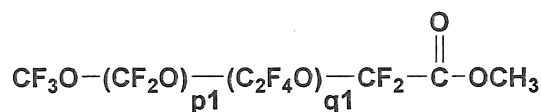
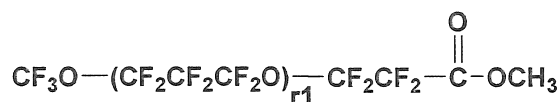
Ví dụ về M bao gồm các nhóm được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 32]



Ví dụ về polyme chứa floopolyete có nhóm carbonyl ở một đầu, có công thức (6) được thể hiện dưới đây. Trong mỗi công thức, số lần lặp lại (hoặc mức độ polyme hóa) của các đơn vị lặp lại cấu thành nhóm flooxyalkyl hoặc nhóm flooxyalkylen (gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai) được thể hiện dưới đây, mặc dù số lần lặp lại này có thể là số tùy ý thỏa mãn công thức (3) và (4).

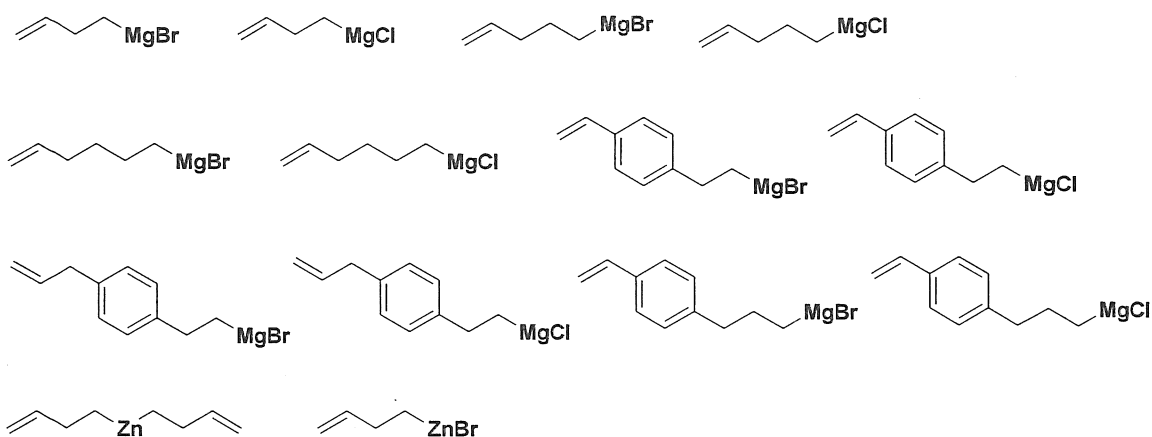
[Công thức hóa học 33]



trong đó p1, q1 và r1 được định nghĩa như nêu trên, và tổng của p1, q1 và r1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110. Các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với p1, q1 và r1 có thể được liên kết ngẫu nhiên.

Ví dụ về chất phản ứng kim loại hữu cơ có liên kết đôi béo không no ở một đầu và β-hydro bao gồm chất phản ứng lithi hữu cơ, chất phản ứng Grignard, chất phản ứng kẽm hữu cơ, chất phản ứng bo hữu cơ, và chất phản ứng thiếc hữu cơ. Trong số các chất phản ứng này, chất phản ứng Grignard và chất phản ứng kẽm hữu cơ được ưu tiên do dễ xử lý. Tốt hơn nếu các hợp chất sau được sử dụng làm chất phản ứng kim loại hữu cơ.

[Công thức hóa học 34]



Tốt hơn nếu lượng của chất phản ứng kim loại hữu cơ có liên kết đôi béo không no ở một đầu và β -hydro nằm trong khoảng từ 2 đến 5 đương lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2,5 đến 3,5 đương lượng, tốt nhất nếu khoảng 3 đương lượng tính trên 1 đương lượng của nhóm đầu phản ứng (nhóm hóa trị một có thể loại bỏ) trong polyme chứa flopolyete có nhóm carbonyl ở một đầu, có công thức (6).

Dung môi có thể được sử dụng trong phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm carbonyl ở một đầu, có công thức (6) với chất phản ứng kim loại hữu cơ có liên kết đôi béo không no ở một đầu và β -hydro. Mặc dù dung môi được sử dụng trong phản ứng này không bị giới hạn cụ thể, tốt hơn nếu dung môi hóa học flo được sử dụng do chất phản ứng là hợp chất flo. Dung môi hóa học flo thích hợp bao gồm dung môi 1,3-bistriflometylbenzen, dung môi triflometylbenzen, dung môi perflo (Asahiklin AC 2000, Asahiklin AC-6000) do AGC Inc. cung cấp, 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 cung cấp, và dung môi perflo (PF5080, PF5070, PF5060) do 3M cung cấp. Các dung môi hóa học flo có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp.

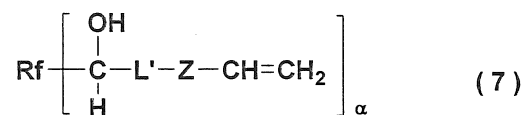
Ngoài dung môi hóa học flo, dung môi hữu cơ cũng có thể được sử dụng làm dung môi. Dung môi ete như tetrahydrofuran (THF), monoetylen glycol dimetyl ete, dietylen glycol dimetyl ete, trietylen glycol dimetyl ete, tetraetylen glycol dimetyl ete, và dioxan có thể được sử dụng làm dung môi hữu cơ. Dung môi hữu cơ có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp với dung môi hóa học flo.

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

Điều kiện để thực hiện phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm carbonyl ở một đầu, có công thức (6) với chất phản ứng kim loại hữu cơ có liên kết đôi béo không no ở một đầu và β -hydro bao gồm nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0°C đến 80°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 45°C đến 70°C, tốt hơn nữa nếu khoảng 50°C và trong thời gian từ 1 đến 12 giờ, tốt hơn nếu từ 5 đến 7 giờ.

Sau khi phản ứng được thực hiện trong các điều kiện nêu trên, phản ứng được dừng, và dung dịch được phân tách thành lớp nước và lớp dung môi hóa học flo bằng quy trình phân tách. Lớp dung môi hóa học flo được rửa bằng dung môi hữu cơ, sau đó dung môi được chưng cất loại bỏ, để thu được polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7).

[Công thức hóa học 35]

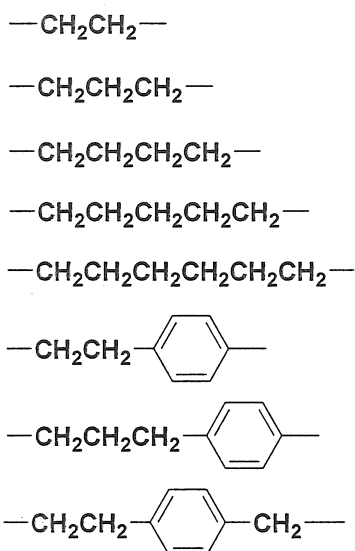


Trong đó Rf, L' và α được định nghĩa như nêu trên, và Z độc lập là nhóm hydrocarbon hóa trị hai có thể chứa nguyên tử silic và/hoặc liên kết siloxan.

Trong công thức (7), Z độc lập là nhóm hydrocarbon hóa trị hai, tốt hơn nếu có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa nếu từ 2 đến 12 nguyên tử cacbon. Ví dụ về nhóm này bao gồm nhóm C₁-C₈ alkylen như metylen, etylen, propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, metylpropylen), hexametylen, và octametylen, và nhóm alkylen chứa nhóm C₆-C₈ arylen như phenylen (ví dụ nhóm C₇-C₉ alkylen arylen). Tốt hơn nếu Z là nhóm C₁-C₄ alkylen mạch thẳng.

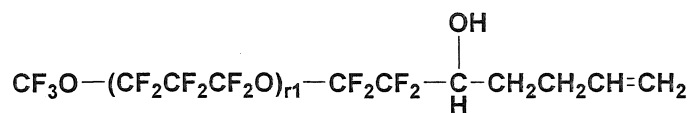
Ví dụ về Z bao gồm các nhóm được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 36]

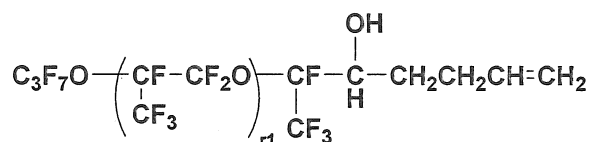
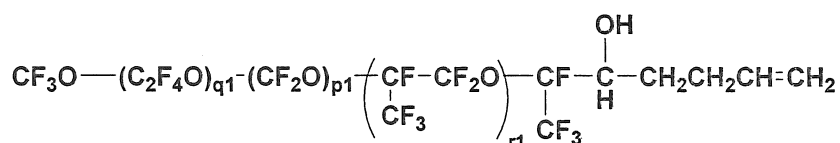
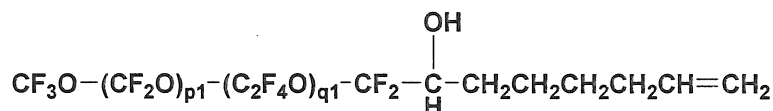
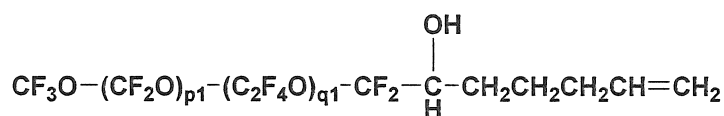
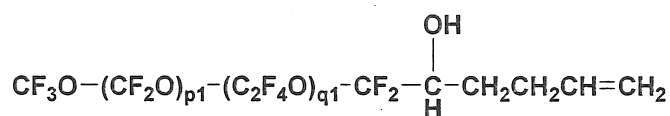


Ví dụ về polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7), được thể hiện dưới đây. Trong mỗi công thức, số lần lặp lại (hoặc mức độ polyme hóa) của các đơn vị lặp lại cấu thành nhóm flooxyalkyl hoặc nhóm flooxyalkylen (gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai) được thể hiện dưới đây, mặc dù số lần lặp lại này có thể là số tùy ý thỏa mãn công thức (3) và (4).

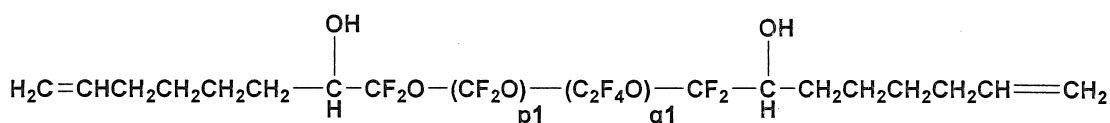
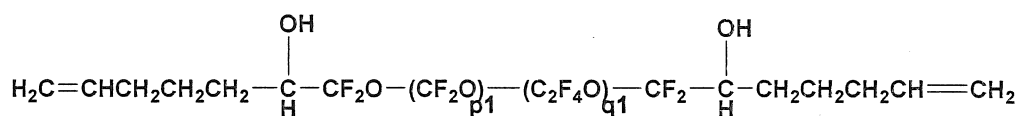
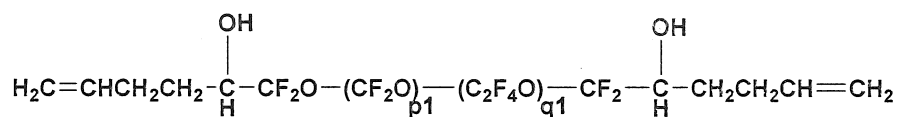
[Công thức hóa học 37]



[Công thức hóa học 38]



[Công thức hóa học 39]



trong đó $p1$, $q1$ và $r1$ được định nghĩa như nêu trên, và tổng của $p1$, $q1$ và $r1$ là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110. Các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với $p1$, $q1$ và $r1$ có thể được liên kết ngẫu nhiên.

Tiếp theo, polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7) thu được nêu trên, và chất bổ sung nhóm polyete được hóa già trong sự có mặt của bazơ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0°C đến 90°C , tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C , tốt hơn nữa nếu khoảng 50°C trong 1

đến 48 giờ, tốt hơn nếu nằm từ 10 đến 40 giờ, tốt hơn nữa nếu khoảng 24 giờ, tùy ý cùng với chất bổ trợ để tăng cường khả năng phản ứng và dung môi.

Theo một phương pháp khác, polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7) thu được nêu trên, với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử được khử hydro hóa trong sự có mặt của chất xúc tác khử hydro hóa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0°C đến 60°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 15 đến 35°C, tốt hơn nữa nếu khoảng 25°C trong 10 phút đến 24 giờ, tốt hơn nếu 30 phút đến 2 giờ, tốt hơn nữa nếu khoảng 1 hour, tùy ý cùng với dung môi, để thu được polyme chứa flopolyete có nhóm SiH và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử.

Sau đó, polyme chứa flopolyete có nhóm SiH và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử và hợp chất polyete có vị trí olefin trong phân tử (ví dụ, hợp chất polyalkylen oxit được kết thúc bởi nhóm alkenyloxy ở một đầu của chuỗi phân tử hoặc tương tự) được hòa tan trong dung môi, ví dụ, dung môi hóa học flo như 1,3-bis(triflometyl)benzen, và hóa già trong sự có mặt của chất xúc tác hydrosilyl hóa, ví dụ, dung dịch toluen chứa axit cloplatinic/phức chất vinyl siloxan, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 120°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 60°C đến 100°C, tốt hơn nữa nếu khoảng 80°C trong 1 đến 72 giờ, tốt hơn nếu 20 đến 36 giờ, tốt hơn nữa nếu khoảng 24 giờ.

Các halogenua có thể được sử dụng làm chất bổ sung nhóm polyete để phản ứng với polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7). Các halogenua thích hợp bao gồm 2-brometyl metyl ete, etylen glycol 2-brometyl metyl ete, dietylen glycol 2-brometyl metyl ete, trietylen glycol 2-brometyl metyl ete, và tetraetylen glycol 2-brometyl metyl ete.

Tốt hơn nếu lượng của chất bổ sung nhóm polyete được sử dụng nằm trong khoảng từ 1 đến 15 đương lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 3 đến 6 đương lượng tính trên 1 đương lượng của nhóm đầu phản ứng (nhóm hydroxy) trong polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7).

Ví dụ về bazơ được sử dụng trong phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7) với chất bổ sung

nhóm polyete bao gồm amin và bazơ kim loại kiềm. Ví dụ về amin bao gồm trietylamin, diisopropyletylamin, pyridin, DBU, và imidazol. Ví dụ về bazơ kim loại kiềm bao gồm natri hydroxit, kali hydroxit, natri hydrua, kali hydrua, alkyllithi, t-butoxykali, lithi diisopropylamit, lithi bis(trimetylsilyl)amit, natri bis(trimetylsilyl)amit, và kali bis(trimetylsilyl)amit.

Lượng của bazơ được sử dụng nằm trong khoảng từ 1 đến 20 đương lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 4 đến 8 đương lượng, tốt nhất nếu khoảng 6 đương lượng tính trên 1 đương lượng của nhóm đầu phản ứng (nhóm hydroxy) trong polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7).

Để thực hiện phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7) với chất bổ sung nhóm polyete, chất hỗ trợ để tăng cường khả năng phản ứng như tetrabutylamoni halogenua hoặc halogenua kim loại kiềm có thể được sử dụng. Ví dụ về chất hỗ trợ bao gồm tetrabutylamoni clorua, tetrabutylamoni bromua, tetrabutylamoni iodua, tetrabutylamoni hydro sulfat, natri iodua, kali iodua, xeri iodua, và ete mạch vòng. Trong hệ thống phản ứng, sự trao đổi halogen xúc tác diễn ra giữa chất hỗ trợ và chất bổ sung nhóm polyete để tăng cường khả năng phản ứng trong khi đó ete mạch vòng liên kết phối trí với kim loại để tăng cường khả năng phản ứng.

Lượng của chất hỗ trợ được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,005 đến 0,1 đương lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,05 đương lượng, tốt nhất nếu khoảng 0,02 đương lượng tính trên 1 đương lượng của nhóm đầu phản ứng (nhóm hydroxy) trong polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7).

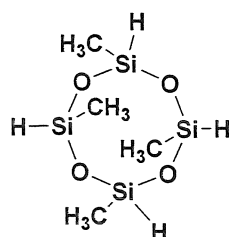
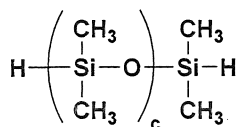
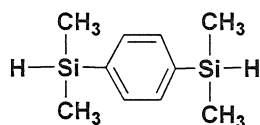
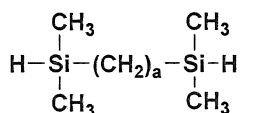
Dung môi có thể được sử dụng trong phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7) với chất bổ sung nhóm polyete, hoặc phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7) với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử. Mặc dù dung môi là không thiết yếu, nhưng dung môi hóa học flo thường được sử dụng làm dung

môi. Dung môi hóa học flo thích hợp bao gồm dung môi hydrocarbon thơm được flo hóa như 1,3-bis(triflometyl)benzen và triflometylbenzen, dung môi hydrofloete (HFE) (một loạt nhãn hiệu Novec do 3M cung cấp) như 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decaflo-3-metoxi-2-(triflometyl)pentan, và dung môi perflo cấu thành hoàn toàn từ các hợp chất được flo hóa (một loạt nhãn hiệu Flort do 3M cung cấp). Dung môi hữu cơ cũng có thể được sử dụng, ví dụ, dimetylforamit, dimetylaxetamit, dimetyl sulfoxit, axetonitril, và THF.

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

Trong phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxyl và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7) thu được nêu trên, với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử, tốt hơn nếu hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử là hợp chất có công thức sau.

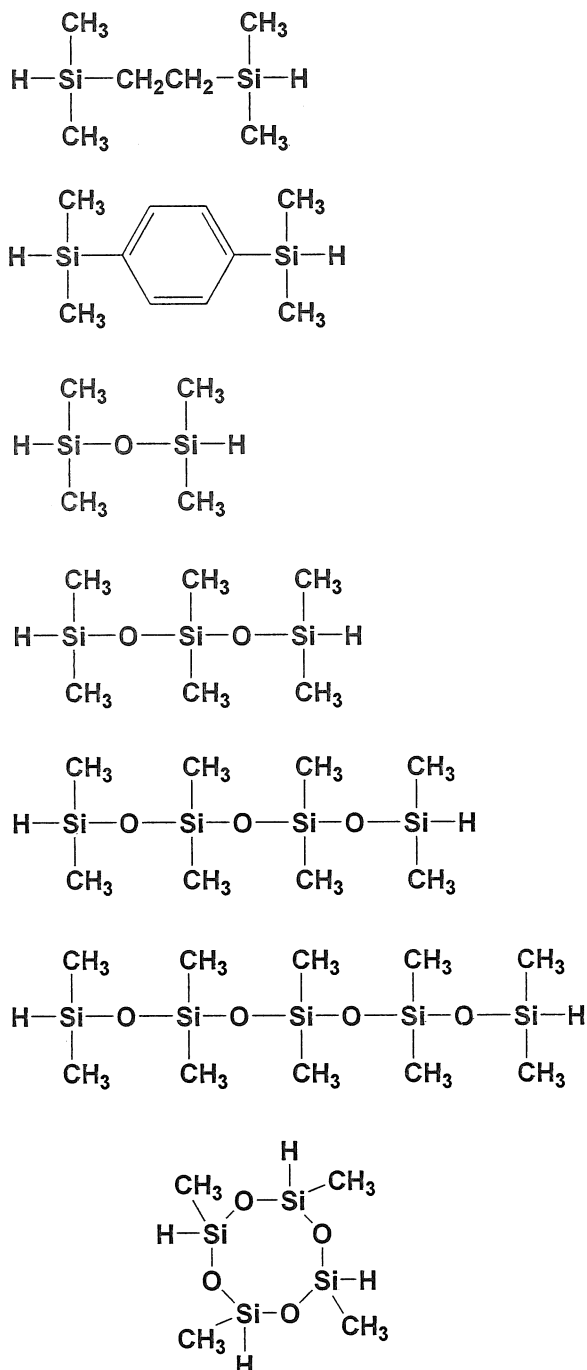
[Công thức hóa học 40]



trong đó a và c được định nghĩa như nêu trên.

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

[Công thức hóa học 41]



Trong phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxyl và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (7) thu được nêu trên, với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử, lượng

của hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử được sử dụng nằm trong khoảng từ 7 đến 30 đương lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 5 đến 20 đương lượng, tốt nhất nếu khoảng 10 đương lượng tính trên 1 đương lượng của nhóm đầu phản ứng trong polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxyl và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử.

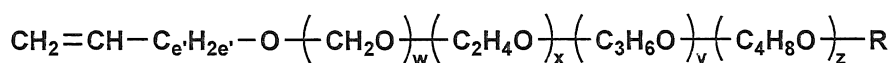
Ví dụ về chất xúc tác khử hydro hóa được sử dụng trong phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxyl và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử có công thức (7) thu được nêu trên với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử bao gồm chất xúc tác trên cơ sở kim loại nhóm platin như chất xúc tác rodi, paladi và ruteni, và bo, và ví dụ cụ thể về các chất xúc tác này bao gồm chất xúc tác trên cơ sở kim loại nhóm platin như tetrakis(triphenylphosphin)paladi và clotris(triphenylphosphin)rodi, và chất xúc tác bo như tris(pentaflorophenyl)boran.

Lượng của chất xúc tác khử hydro hóa được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,0005 đương lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,007 đến 0,001 đương lượng, tốt nhất nếu khoảng 0,005 đương lượng tính trên 1 đương lượng của nhóm đầu phản ứng trong polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxyl và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử.

Sau đó, phản ứng được dừng, và dung dịch được phân tách thành lớp nước và lớp dung môi hóa học flo bằng quy trình phân tách. Lớp dung môi hóa học flo được rửa bằng dung môi hữu cơ, sau đó dung môi được chưng cất loại bỏ, để thu được polyme chứa flopolyete có nhóm SiH và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử.

Trong phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm SiH và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử thu được nêu trên với hợp chất polyete có vị trí olefin trong phân tử, ví dụ về hợp chất polyete có vị trí olefin trong phân tử có thể bao gồm các hợp chất có công thức sau:

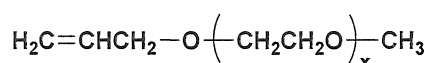
[Công thức hóa học 42]



trong đó R, w, x, y, z và w+x+y+z được định nghĩa như nêu trên, và mỗi đơn vị liên quan đến w, x, y và z có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, e' là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 2, và các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với w, x, y và z có thể được liên kết ngẫu nhiên.

Ví dụ cụ thể về hợp chất này bao gồm hợp chất polyalkylen oxit được kết thúc bởi nhóm alkenyloxy ở một đầu của chuỗi phân tử, như polyetylen oxit trong đó một đầu của chuỗi phân tử được kết thúc bởi nhóm allyloxy và đầu còn lại được kết thúc bởi nhóm metoxy như được thể hiện dưới đây.

[Công thức hóa học 43]



Trong đó x được định nghĩa như nêu trên.

Ví dụ cụ thể về hợp chất polyete có vị trí olefin trong phân tử, như hợp chất polyalkylen oxit được kết thúc bởi nhóm alkenyloxy ở một đầu của chuỗi phân tử, bao gồm UNIOX MA-200, UNIOX MA-300, UNIOX MA-350S, và UNIOX MA-500 do NOF CORPORATION sản xuất.

Lượng của hợp chất polyete có vị trí olefin trong phân tử được sử dụng nằm trong khoảng từ 1 đến 10 đương lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2 đến 5 đương lượng, tốt nhất nếu khoảng 3 đương lượng tính trên 1 đương lượng của nhóm đầu phản ứng trong polyme chứa fopolyete có nhóm SiH và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử.

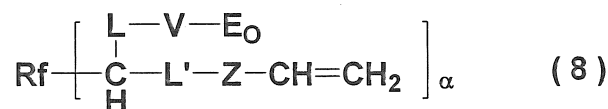
Trong phản ứng của polyme chứa fopolyete có nhóm SiH và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử thu được nêu trên với hợp chất polyete có vị trí olefin trong phân tử, ví dụ về chất xúc tác hydrosilyl hóa bao gồm chất xúc tác trên cơ sở kim loại nhóm platin như platin đen, axit cloplatinic, axit cloplatinic được cải biến bằng rượu, phức chất của axit cloplatinic với olefin, aldehyt, vinyl siloxan, và rượu axetylen, tetrakis(triphenylphosphin)paladi, và clotris(triphenylphosphin)rodi. Trong số các hợp chất này, các hợp chất platin như các hợp chất phối trí vinyl siloxan được ưu tiên.

Chất xúc tác hydrosilyl hóa được sử dụng ở lượng để tạo ra kim loại chuyển tiếp ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 100 ppm, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng

từ 1 đến 50 ppm trên cơ sở khối lượng của polyme chứa flopolyete có nhóm SiH và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử.

Phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử có công thức (7) với chất bổ sung nhóm polyete hoặc phản ứng của polyme chứa flopolyete có nhóm hydroxy và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử có công thức (7) với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử (polyme chứa flopolyete có nhóm SiH và vị trí olefin ở một đầu của chuỗi phân tử) và hợp chất polyete có vị trí olefin trong phân tử tạo ra polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử có công thức (8).

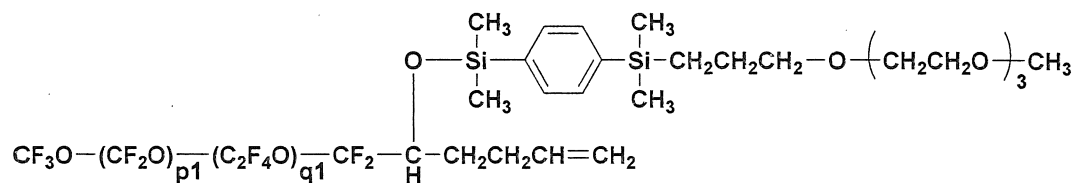
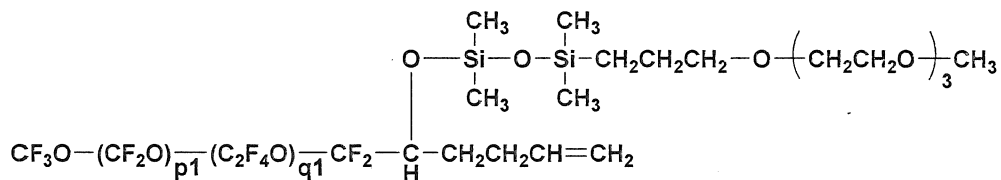
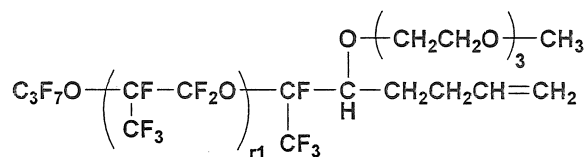
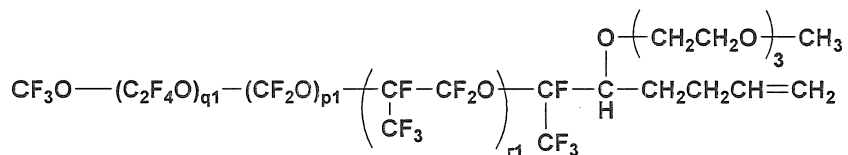
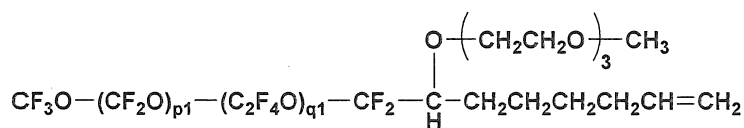
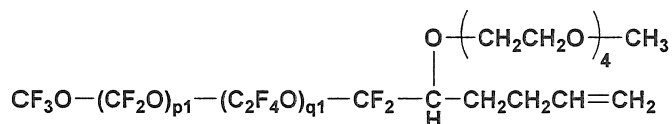
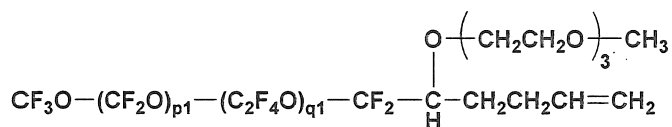
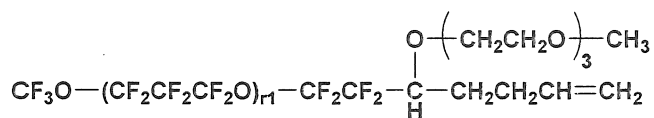
[Công thức hóa học 44]



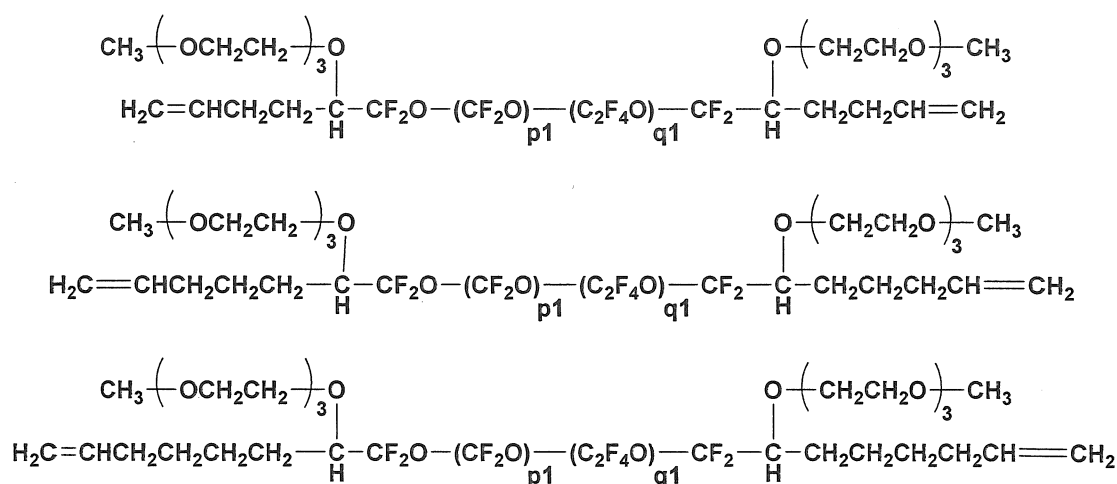
trong đó Rf, L, L', V, E, o, Z và α được định nghĩa như nêu trên.

Ví dụ ưu tiên về polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8) được thể hiện dưới đây. Trong mỗi công thức, số lần lặp lại (hoặc mức độ polyme hóa) của các đơn vị lặp lại cấu thành nhóm flooxyalkyl hoặc nhóm flooxyalkylen (gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai) được thể hiện dưới đây, mặc dù số lần lặp lại này có thể là số tùy ý thỏa mãn công thức (3) và (4).

[Công thức hóa học 45]



[Công thức hóa học 46]



trong đó p1, q1 và r1 được định nghĩa như nêu trên, và tổng của p1, q1 và r1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110. Các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với p1, q1 và r1 có thể được liên kết ngẫu nhiên.

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

Phương pháp khác để điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (1) là phương pháp được thể hiện dưới đây.

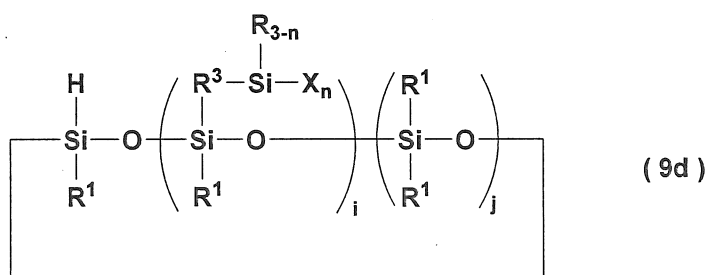
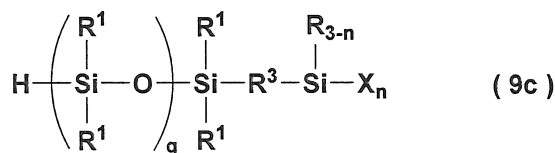
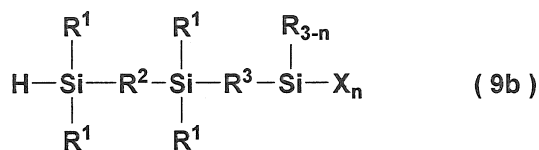
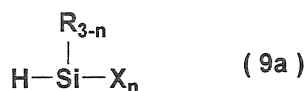
Polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8) được hòa tan trong dung môi như dung môi hóa học flo, thường là 1,3-bis(triflometyl)benzen. Hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu có thể thủy phân (halogen) trong phân tử như triclosilan được trộn vào. Hỗn hợp thu được được hóa già trong sự có mặt của chất xúc tác hydrosilyl hóa, ví dụ, dung dịch toluen chứa axit cloplatinic/phức chất vinyl siloxan, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 120°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 60°C đến 100°C, tốt hơn nữa nếu khoảng 80°C trong thời

gian từ 1 đến 72 giờ, tốt hơn nếu 20 đến 36 giờ, tốt hơn nữa nếu khoảng 24 giờ. Lưu ý rằng sau khi hóa già, phần tử thế (halogen) trên nhóm silyl có thể có thể được biến đổi thành nhóm metoxy.

Lưu ý rằng hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử có thể được sử dụng thay cho hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử. Theo phương án này, hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử được sử dụng. Sau khi polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8) được cho phản ứng với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử như phương án mô tả nêu trên, sản phẩm phản ứng thu được có SiH các nhóm ở đầu polyme được trộn với hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử, như allyltrimetoxysilan. Hỗn hợp thu được được hóa già trong sự có mặt của chất xúc tác hydrosilyl hóa, ví dụ, dung dịch toluen chứa axit cloplatinic/phức chất vinyl siloxan, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 120°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 60°C đến 100°C, tốt hơn nữa nếu khoảng 80°C trong thời gian từ 1 đến 72 giờ, tốt hơn nếu 20 đến 36 giờ, tốt hơn nữa nếu khoảng 24 giờ.

Các hợp chất có công thức (9a) đến (9d) được ưu tiên sử dụng làm hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử được sử dụng trong điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (1).

[Công thức hóa học 47]

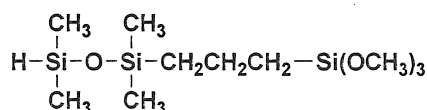
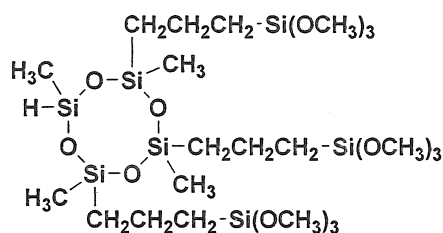
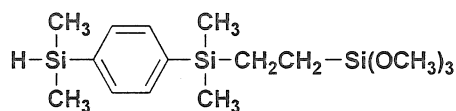


trong đó R, X, n, R¹, R², g và j được định nghĩa như nêu trên, i là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 3, i+j là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 9, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 2 đến 4, và R³ là nhóm hydrocarbon hóa trị hai C₂-C₈.

R³ là nhóm C₂-C₈, tốt hơn nếu nhóm hydrocarbon hóa trị hai C₂-C₄, ví dụ về 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 tổ hợp của ít nhất hai nhóm trong số các nhóm nêu trên (ví dụ các nhóm alkylen-arylen). Trong số các nhóm này, etylen và trimetylen được ưu tiên.

Ví dụ về hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử bao gồm trimetoxysilan, trietoxysilan, tripropoxysilan, triisopropoxysilan, tributoxysilan, triisopropenoxysilan, triaxetoxysilan, triclosilan, tribromsilan, và triiodosilan cũng như các hợp chất silan được thể hiện dưới đây.

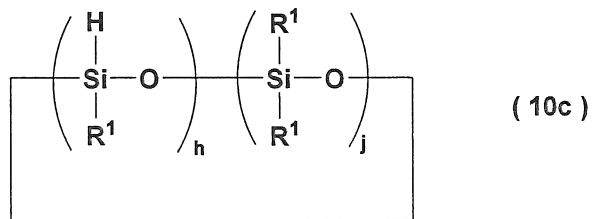
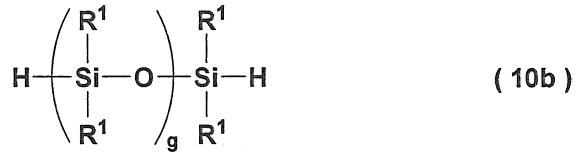
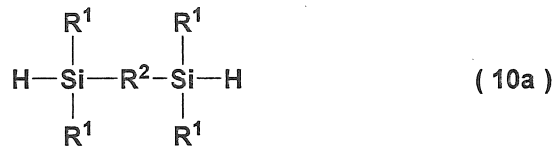
[Công thức hóa học 48]



Theo một phương án trong đó phương pháp điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (1) bao gồm phản ứng cộng hợp của polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8) với hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử, tốt hơn nếu hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử được sử dụng ở các lượng như vậy để tạo ra nhóm SiH trong hợp chất silic hữu cơ ở lượng nằm trong khoảng từ 1,5 đến 4 đương lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2 đến 2,5 đương lượng tính trên 1 đương lượng của nhóm đầu phản ứng (vị trí olefin tận cùng) trong polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8).

Các hợp chất có công thức (10a) đến (10c) được ưu tiên sử dụng làm hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử được sử dụng trong điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (1).

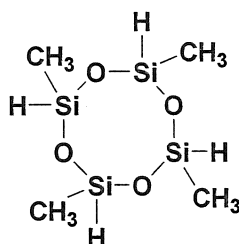
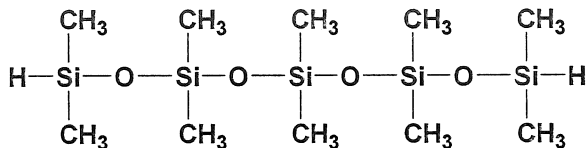
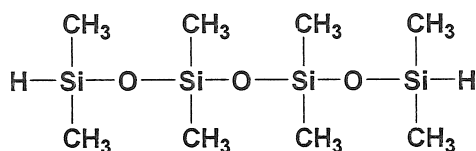
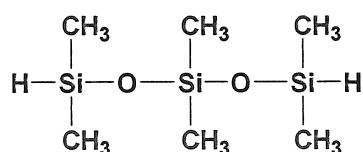
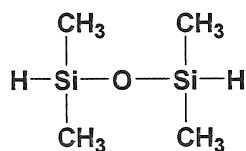
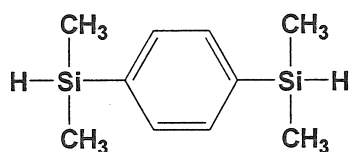
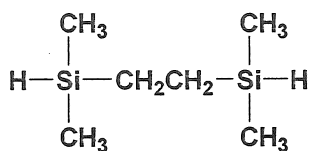
[Công thức hóa học 49]



trong đó R^1 , R^2 , g , h , j và $h+j$ được định nghĩa như nêu trên.

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

[Công thức hóa học 50]

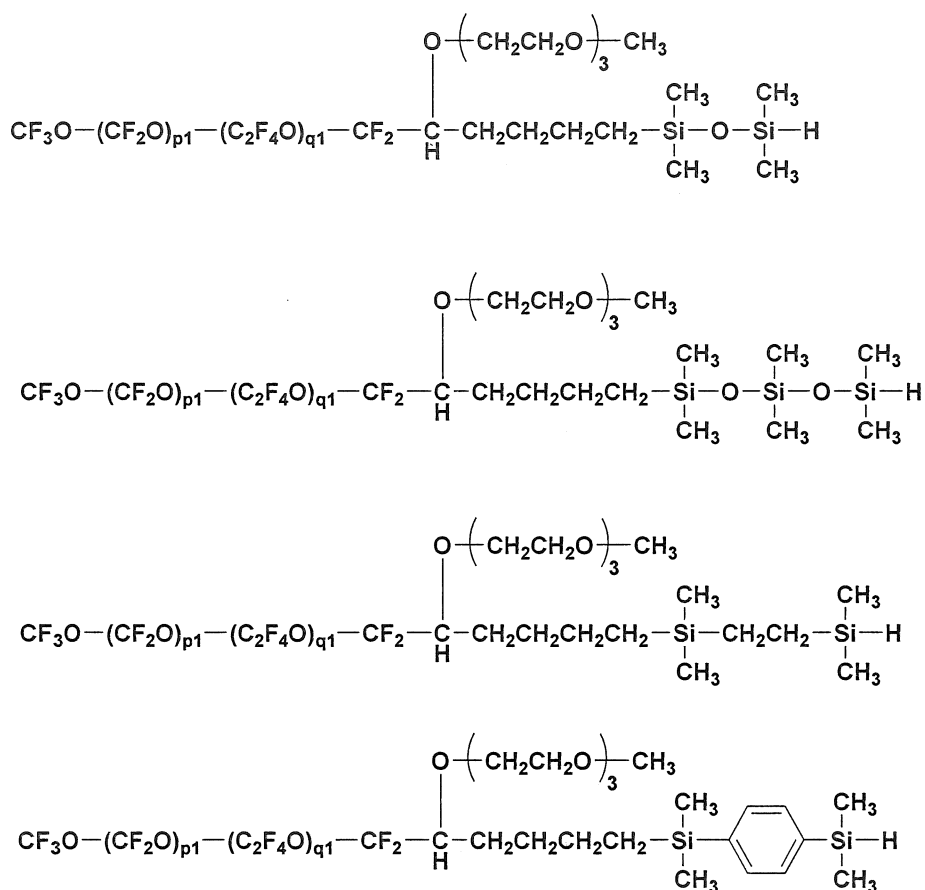


Theo một phương án trong đó phương pháp điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (1) bao gồm phản ứng cộng hợp của polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8) với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử, tốt hơn nếu hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử được sử dụng ở các lượng như vậy để tạo ra nhóm SiH trong hợp chất silic hữu cơ ở lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 30 đương lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 7 đến 20 đương lượng, tốt nhất nếu khoảng 10 đương lượng tính trên 1 đương

lượng của nhóm đầu phản ứng (vị trí olefin tận cùng) trong polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8).

Trong phương pháp điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (1), ví dụ về sản phẩm phản ứng cộng hợp của polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8) với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử bao gồm các hợp chất có các công thức sau. Trong mỗi công thức, số lần lặp lại (hoặc mức độ polyme hóa) của các đơn vị lặp lại cấu thành nhóm flooxyalkyl hoặc nhóm flooxyalkylen (gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai) được thể hiện dưới đây, mặc dù số lần lặp lại này có thể là số tùy ý thỏa mãn công thức (3) và (4).

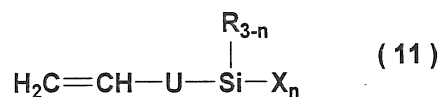
[Công thức hóa học 51]



trong đó p1 và q1 được định nghĩa như nêu trên, tổng của p1 và q1 là số nguyên nằm trong khoảng từ 10 đến 110. Các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với p1 và q1 có thể được liên kết ngẫu nhiên.

Trong phương pháp điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (1), các hợp chất có công thức (11) được ưu tiên sử dụng làm hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử để phản ứng với các nhóm SiH ở đầu polyme của sản phẩm phản ứng cộng hợp.

[Công thức hóa học 52]

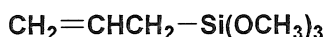
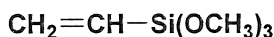


trong đó R, X và n được định nghĩa như nêu trên. U là liên kết đơn hoặc nhóm hydrocarbon hóa trị hai C₁-C₆.

Trong công thức (11), U là liên kết đơn hoặc nhóm hydrocarbon hóa trị hai C₁-C₆. Ví dụ về nhóm hydrocarbon hóa trị hai C₁-C₆ bao gồm các nhóm alkylen như metylen, etylen, propylen (trimetylen, metyletylen), butylen (tetrametylen, metylpropylen), và hexametylen, và phenylen. Tốt hơn nếu U là liên kết đơn hoặc metylen.

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

[Công thức hóa học 53]



Theo một phương án trong đó phương pháp điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (1) bao gồm phản ứng của sản phẩm phản ứng cộng hợp giữa polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8) với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử, với hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử, tốt hơn nếu hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử được sử dụng ở các lượng như vậy để tạo ra vị trí olefin trong hợp chất silic hữu cơ có vị trí olefin và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử ở lượng nằm trong khoảng từ 1,5 đến 4 đương lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2 đến 2,5 đương lượng tính trên 1 đương lượng của nhóm đầu phản ứng (nhóm SiH tận cùng) trong

sản phẩm phản ứng cộng hợp giữa polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8) và hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử.

Dung môi hóa học flo được ưu tiên sử dụng làm dung môi được sử dụng trong điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (1). Dung môi hóa học flo thích hợp bao gồm 1,3-bis(triflometyl)benzen, triflometylbenzen, metyl nonaflobutyl ete, metyl nonafloisobutyl ete, etyl nonaflobutyl ete, etyl nonafloisobutyl ete, dung môi hydrofloete (HFE) (một loạt nhãn hiệu Novec do 3M cung cấp) như 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decaflo-3-metoxi-2-(triflometyl)pentan, và dung môi perflo cấu thành hoàn toàn từ các hợp chất được flo hóa (một loạt nhãn hiệu Flort do 3M cung cấp).

Lượng của dung môi được sử dụng nằm trong khoảng từ 10 đến 300 phần khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 50 đến 150 phần khối lượng, tốt hơn nữa nếu khoảng 100 phần khối lượng tính trên 100 phần khối lượng của polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8).

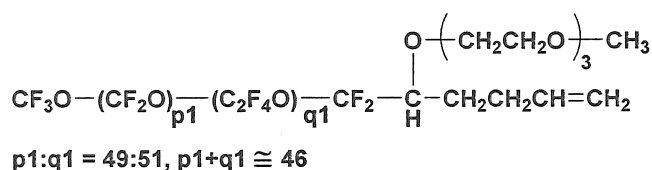
Ví dụ về chất xúc tác hydrosilyl hóa được sử dụng trong điều chế polyme chứa flopolyete có công thức (1) bao gồm chất xúc tác trên cơ sở kim loại nhóm platin như platin đen, axit cloplatinic, axit cloplatinic được cải biến bằng rượu, phức chất của axit cloplatinic với olefin, aldehyt, vinyl siloxan, và rượu axetylen, tetrakis(triphenylphosphin)paladi, và clotris(triphenylphosphin)rodi. Trong số các chất xúc tác này, các hợp chất platin như các hợp chất phối trí vinyl siloxan được ưu tiên.

Tốt hơn nếu chất xúc tác hydrosilyl hóa được sử dụng ở lượng để tạo ra kim loại chuyển tiếp ở lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 100 ppm, tốt hơn nữa nếu 0,1 đến 50 ppm trên cơ sở khối lượng của polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8) hoặc sản phẩm phản ứng thu được của polyme này với hợp chất silic hữu cơ có ít nhất hai nhóm SiH và không chứa nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử.

Sau đó, dung môi và các chất phản ứng chưa phản ứng được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được the target hợp chất.

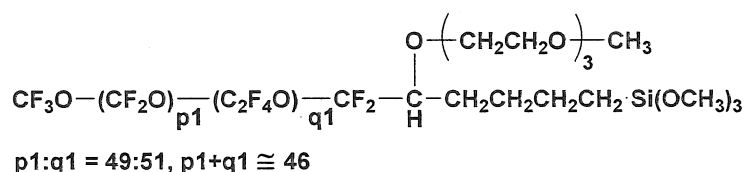
Theo một phương án, khi polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8) là hợp chất có công thức sau:

[Công thức hóa học 54]



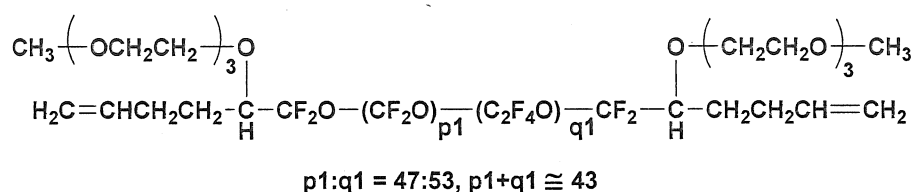
và hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử là trimetoxysilan, thì hợp chất có công thức sau được tạo ra.

[Công thức hóa học 55]



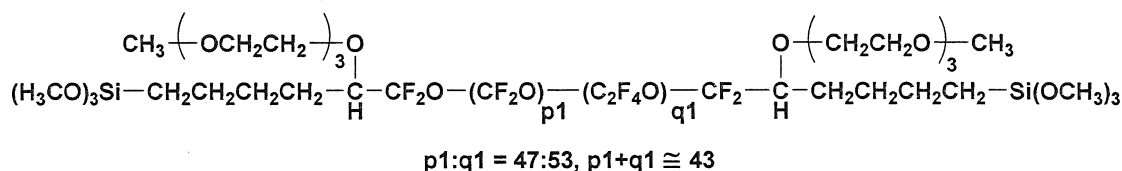
Theo một phương án khác, khi polyme chứa flopolyete có vị trí olefin và vị trí polyete ở một đầu của chuỗi phân tử, có công thức (8) là hợp chất có công thức sau:

[Công thức hóa học 56]



và hợp chất silic hữu cơ có nhóm SiH và nhóm đầu có thể thủy phân trong phân tử là trimetoxysilan, thì hợp chất có công thức sau được tạo ra.

[Công thức hóa học 57]



Theo một phương án khác, sáng chế đề cập đến chế phẩm xử lý bề mặt chứa polyme chứa flopolyete có nhóm silyl chứa hydroxy hoặc nhóm silyl có thể thủy phân có công thức (1). Chế phẩm xử lý bề mặt này cũng có thể chứa sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần được điều chế bằng cách ngưng tụ nhóm hydroxy trên polyme chứa

flopolyete, hoặc nhóm hydroxy thu được từ quá trình thủy phân một phần nhóm đầu có thể thủy phân trên polyme chứa flopolyete theo phương pháp đã biết.

Các chất xúc tác ngưng tụ thủy phân có thể được bổ sung vào chế phẩm xử lý bề mặt, khi cần. Các chất xúc tác ngưng tụ thủy phân thích hợp bao gồm hợp chất thiếc hữu cơ như thiếc dibutyl dimetoxit và thiếc dibutyl dilaurat, hợp chất titan hữu cơ như tetra-n-butyl titanat, axit hữu cơ như axit axetic, axit metansulfonic, và axit carboxylic được cải biến flo, và axit vô cơ như axit hydrocloric và axit sulfuric. Trong số các chất này, axit axetic, tetra-n-butyl titanat, thiếc dibutyl dilaurat, và axit carboxylic được cải biến flo được ưu tiên.

Chất xúc tác ngưng tụ thủy phân có thể được bổ sung ở lượng xúc tác, thường nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5 phần khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1 phần khối lượng tính trên 100 phần khối lượng của polyme chứa flopolyete và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó.

Chế phẩm xử lý bề mặt có thể còn chứa dung môi. Dung môi thích hợp bao gồm dung môi hydrocarbon béo được cải biến flo như perfloheptan và perflooctan; dung môi hydrocarbon thơm được cải biến flo như 1,3-bis(triflometyl)benzen; dung môi ete được cải biến flo như metyl perflobutyl ete, etyl perflobutyl ete, và perflo(2-butyltetrahydrofuran); dung môi alkylamin được cải biến flo như perflotributylamin và perflotripentylamin; dung môi hydrocarbon như benzin dầu mỏ, toluen, và xylen; dung môi keton như axeton, metyl etyl keton, và metyl isobutyl keton. Trong số các dung môi này, dung môi được cải biến flo được ưu tiên dưới góc độ độ hòa tan và khả năng thấm ướt, với 1,3-bis(triflometyl)benzen, perflo(2-butyltetrahydrofuran), perflotributylamin, và etyl perflobutyl ete được ưu tiên hơn.

Các dung môi có thể được sử dụng ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều dung môi sao cho polyme chứa flopolyete và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó được hòa tan đồng đều trong dung môi. Nồng độ tối ưu của polyme chứa flopolyete và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó trong dung môi thay đổi theo phương pháp xử lý cụ thể. Lượng dễ cân có thể được chọn. Trong trường hợp phủ trực tiếp, tốt hơn nếu nồng độ này có thể nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10 phần khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5 phần khối lượng tính trên 100 phần khối lượng của

dung môi và polyme chứa flopolyete (và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó) được kết hợp. Trong trường hợp xử lý bay hơi, tốt hơn nếu nồng độ này có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 100 phần khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 3 đến 30 phần khối lượng tính trên 100 phần khối lượng của dung môi và polyme chứa flopolyete (và sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó) được kết hợp.

Chế phẩm xử lý bề mặt có thể được phủ lên nền bằng phương pháp đã biết bất kỳ như phương pháp phủ bằng bàn chải, phương pháp phủ nhúng, phương pháp xịt và phương pháp bay hơi. Trong trường hợp phương pháp bay hơi, chế độ gia nhiệt có thể là chế độ gia nhiệt bằng điện trở hoặc chế độ gia nhiệt EB và không bị giới hạn cụ thể. Nhiệt độ hóa cứng thay đổi theo phương pháp hóa cứng cụ thể. Ví dụ, trong trường hợp phủ trực tiếp (phương pháp phủ bằng bàn chải, phương pháp phủ nhúng hoặc phương pháp xịt), các điều kiện hóa cứng thích hợp bao gồm nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25°C đến 200°C, đặc biệt nằm trong khoảng từ 25°C đến 80°C trong 30 phút đến 36 giờ, đặc biệt 1 đến 24 giờ. Khi chế phẩm xử lý bề mặt được phủ bằng phương pháp bay hơi, tốt hơn nếu nhiệt độ hóa cứng nằm trong khoảng từ 20°C đến 200°C, đặc biệt nằm trong khoảng từ 25°C đến 80°C, trong 30 phút đến 36 giờ, đặc biệt 1 đến 24 giờ. Các điều kiện hóa cứng ẩm cũng hữu ích. Màng phủ hóa cứng thường có chiều dày nằm trong khoảng từ 0,1 đến 100nm, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 20nm mặc dù chiều dày phụ thuộc vào loại nền. Ngoài ra, trong trường hợp phương pháp phủ xịt, ví dụ, quy trình bao gồm bước pha loãng chế phẩm xử lý bề mặt bằng dung môi hóa học flo đã được bổ sung nước vào trước đó, nhờ đó thủy phân hữu hiệu để tạo ra Si-OH, và sau đó, bước xịt dung dịch pha loãng được khuyến cáo do màng phủ hóa cứng nhanh.

Nền cần được xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt không bị giới hạn cụ thể, và có thể được chế tạo bằng vật liệu mong muốn bất kỳ bao gồm giấy, vải, kim loại, kim loại oxit, thủy tinh, vật liệu dẻo, gốm và thạch anh. Chế phẩm xử lý bề mặt là hữu hiệu để tạo ra khả năng chống thấm nước/dầu và khả năng chống mài mòn với len thép cao cho đế. Cụ thể là, chế phẩm xử lý bề mặt được sử dụng hữu hiệu để xử lý thủy tinh và màng được lắng đọng SiO₂.

Vật phẩm được ưu tiên có thể được xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt bao gồm hệ thống định vị xe, điện thoại di động, điện thoại thông minh, camera kỹ thuật số, camera video kỹ thuật số, PDA, trình phát âm thanh cầm tay, trình phát âm thanh trên xe, bảng

điều khiển trò chơi, ống kính thị kính, ống kính camera, bộ lọc ống kính, kính bảo vệ, dụng cụ y tế (ví dụ ống soi dạ dày), máy photocopy, máy tính cá nhân, màn hình tinh thể lỏng, màn hình phát quang điện hữu cơ, màn hình plasma, màn hình bảng cảm ứng, màng bảo vệ, màng chống phản xạ và các vật phẩm quang học khác. Chế phẩm xử lý bề mặt theo sáng chế hữu hiệu quả để ngăn ngừa dấu vân tay và bã nhờn bám dính vào vật phẩm và cũng tạo ra khả năng chống xước hoặc khả năng chống mài mòn. Do đó, chế phẩm xử lý bề mặt theo sáng chế đặc biệt hữu ích làm lớp chống thấm nước/dầu trên màn hình bảng cảm ứng và màng chống phản xạ.

Chế phẩm xử lý bề mặt theo sáng chế cũng được sử dụng để tạo màng phủ chống vết bẩn trên thiết bị vệ sinh như bồn tắm và chậu rửa; màng phủ chống vết bẩn trên cửa kính hoặc kính bán cường lực và vỏ chụp đèn pha ở đầu xe trong các phương tiện vận tải như xe, tàu hỏa và máy bay; màng phủ chống thấm nước/dầu trên bề mặt ngoài tòa nhà; màng phủ để ngăn ngừa ô nhiễm dầu trên đồ dùng nhà bếp; màng phủ chống vết bẩn, chống dính, chống vẽ bậy trong buồng điện thoại công cộng; màng phủ chống dấu vân tay trên tác phẩm nghệ thuật; màng phủ chống dấu vân tay trên đĩa CD và đĩa DVD; chất tháo khuôn; chất hỗ trợ trong sơn; và chất cải biến nhựa. Chế phẩm xử lý bề mặt theo sáng chế cũng hữu hiệu để cải biến khả năng chảy và phân tán của chất độn vô cơ, và cải thiện đặc tính trơn của băng và màng.

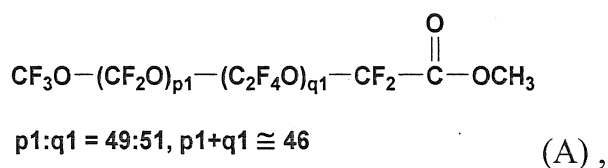
Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn thông qua các ví dụ và ví dụ so sánh sau, tuy nhiên sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ này.

Ví dụ 1

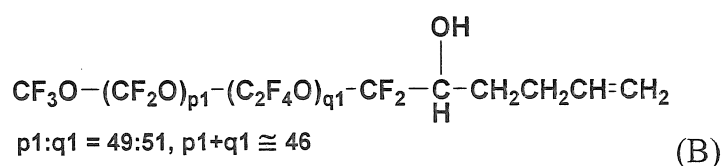
Thiết bị phản ứng được nạp với 272mL dung dịch THF 0,5M chứa 3-butenylmagie bromua ($1,4 \times 10^{-1}$ mol). Kết hợp khuấy, hỗn hợp chứa 200g ($4,5 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (A):

[Công thức hóa học 58]



400g Asahiklin AC-6000, và 200g PF5060 được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng, được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 6 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 193g polyme chứa flopolyete (khối lượng phân tử trung bình số khoảng 4430) có công thức (B).

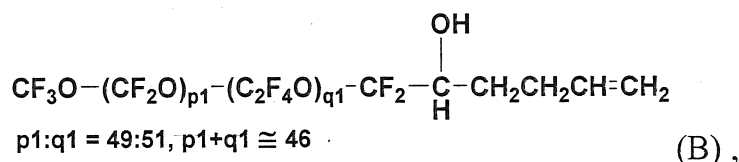
[Công thức hóa học 59]



$^1\text{H-NMR}$; 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-CHH (OH)-CH₂-) 1H; δ 4,8-4,9 (-CH₂CH=CH₂) 2H; δ 5,5-5,6 (-CH₂CH=CH₂) 1H

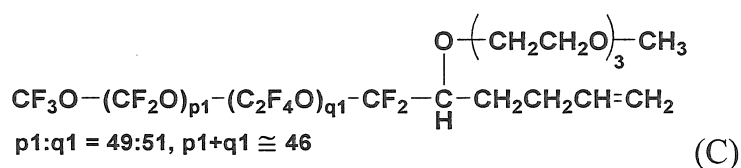
Trong thiết bị phản ứng, 100g ($2,3 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (B):

[Công thức hóa học 60]



20,9g ($9,2 \times 10^{-2}$ mol) dietylen glycol-2-brometyl methyl ete và 0,17g ($4,6 \times 10^{-4}$ mol) tetrabutylamoni iodua được trộn. Sau đó, 18g ($1,4 \times 10^{-1}$ mol) dung dịch nước natri hydroxit 30% khối lượng được bổ sung vào. Dung dịch thu được được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 24 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 94g polyme chứa flopolyete có công thức (C).

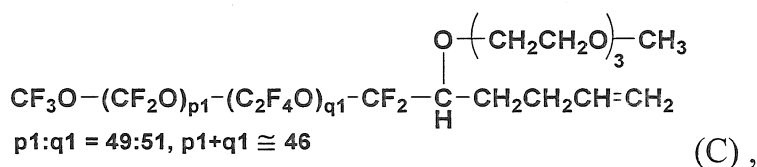
[Công thức hóa học 61]



$^1\text{H-NMR}$; δ 1,5-1,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 2,0-2,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 3H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 12H; δ 3,7-3,8 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 1H; δ 4,7-5,0 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 5,5-5,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 1H

Trong thiết bị phản ứng, 80g ($1,7 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (C):

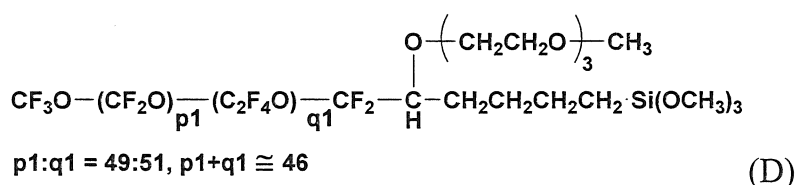
[Công thức hóa học 62]



80g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 4,2g ($3,4 \times 10^{-2}$ mol) trimetoxysilan, và $7,6 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen chứa axit cloplatinic/phức chất vinyl siloxan (chứa $2,3 \times 10^{-7}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch thu được được hóa già ở nhiệt độ 80°C trong 24 giờ. Sau đó, dung môi và các chất phản ứng chưa phản ứng được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 82g hợp chất dạng lỏng.

Trên cơ sở phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất thu được được xác định là có công thức (D).

[Công thức hóa học 63]

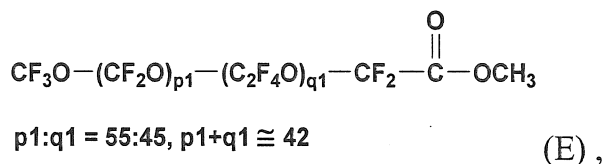


$^1\text{H-NMR}$; δ 0,4-0,6 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 2H; δ 1,2-1,6 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 6H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 3H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃, -Si(OCH₃)₃) 21H; δ 3,7-3,8 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 1H

Ví dụ 2

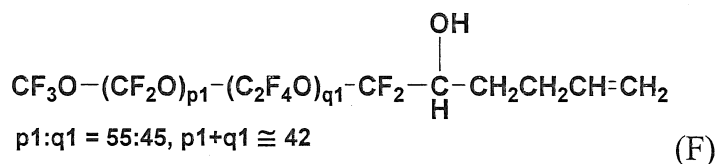
Thiết bị phản ứng được nạp với 153mL dung dịch THF 0,5M chứa 3-butenylmagie bromua ($7,7 \times 10^{-2}$ mol). Kết hợp khuấy, hỗn hợp chứa 100g ($2,6 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (E):

[Công thức hóa học 64]



200g Asahiklin AC-6000, và 100g PF5060 được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng, được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 6 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 94g polyme chứa flopolyete (khối lượng phân tử trung bình số khoảng 3940) có công thức (F).

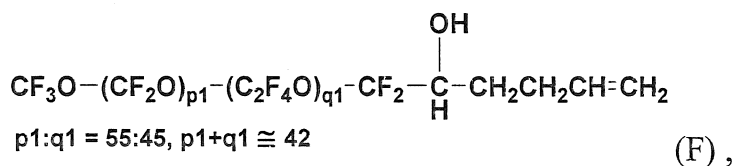
[Công thức hóa học 65]



$^1\text{H-NMR}$: 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

Trong thiết bị phản ứng, 50g ($1,3 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (F):

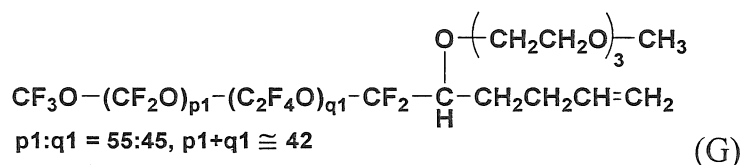
[Công thức hóa học 66]



12g ($5,2 \times 10^{-2}$ mol) dietylen glycol-2-brometyl methyl ete, và 0,10g ($2,6 \times 10^{-4}$ mol) tetrabutylamoni iodua được trộn. Sau đó, 10g ($7,5 \times 10^{-2}$ mol) dung dịch nước

natri hydroxit 30% khối lượng được bổ sung vào. Dung dịch thu được được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 24 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 44g polyme chứa flopolyete có công thức (G).

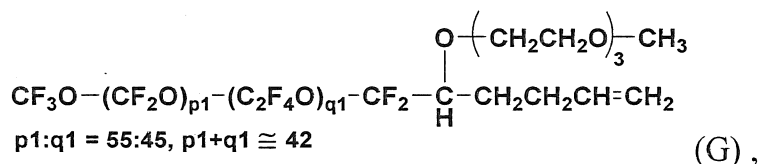
[Công thức hóa học 67]



$^1\text{H-NMR}$: δ 1,5-1,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 2,0-2,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 3H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 12H; δ 3,7-3,8 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 1H; δ 4,7-5,0 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 5,5-5,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 1H

Trong thiết bị phản ứng, 40g ($9,8 \times 10^{-3}$ mol) hợp chất có công thức (G):

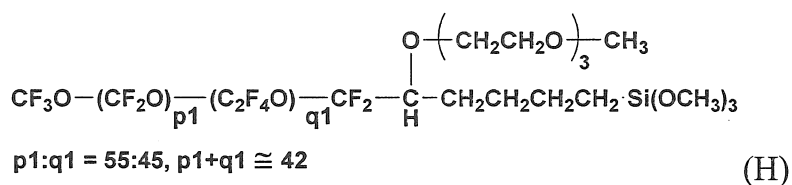
[Công thức hóa học 68]



40g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 2,4g ($2,0 \times 10^{-2}$ mol) trimetoxysilan, và $4,4 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen chứa axit cloplatinic/phức chất vinyl siloxan (chứa $1,3 \times 10^{-7}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch thu được được hóa già ở nhiệt độ 80°C trong 24 giờ. Sau đó, dung môi và các chất phản ứng chưa phản ứng được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 40g hợp chất dạng lỏng.

Trên cơ sở phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất thu được được xác định là có công thức (H).

[Công thức hóa học 69]

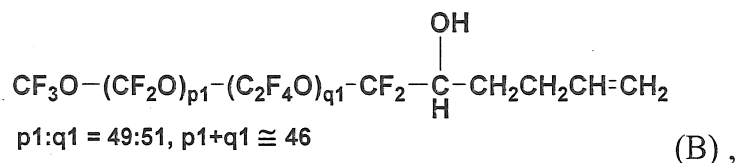


$^1\text{H-NMR}$: δ 0,4-0,6 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 2H; δ 1,2-1,6 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 6H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 3H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃, -Si(OCH₃)₃) 21H; δ 3,7-3,8 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 1H

Ví dụ 3

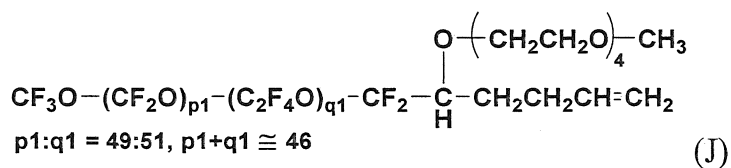
Trong thiết bị phản ứng, 100g ($2,3 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (B) obtained as above:

[Công thức hóa học 70]



24,9g ($9,2 \times 10^{-2}$ mol) trietylen glycol-2-brometyl methyl ete và 0,17g ($4,6 \times 10^{-4}$ mol) tetrabutylamoni iodua được trộn. Sau đó, 18g ($1,4 \times 10^{-1}$ mol) dung dịch nước natri hydroxit 30% khối lượng được bổ sung vào. Dung dịch thu được được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 24 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 90g polyme chứa flopolyete có công thức (J).

[Công thức hóa học 71]

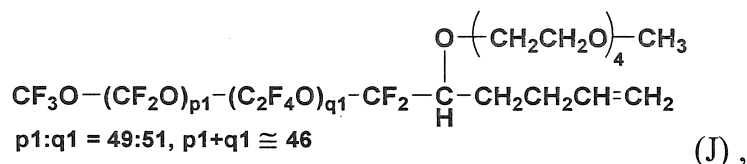


$^1\text{H-NMR}$: δ 1,5-1,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 2,0-2,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₄-O-CH₃) 3H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₄-O-CH₃)

16H; δ 3,7-3,8 ($\text{CF}_2\text{-CH-O-(CH}_2\text{CH}_2\text{O)}_4\text{-O-CH}_3$) 1H; δ 4,7-5,0 ($\text{C-CH}_2\text{CH}_2\text{CH=CH}_2$) 2H; δ 5,5-5,7 ($\text{C-CH}_2\text{CH}_2\text{CH=CH}_2$) 1H

Trong thiết bị phản ứng, 80g ($1,7 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (J):

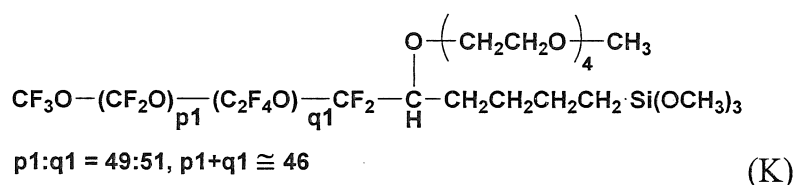
[Công thức hóa học 72]



80g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 4,2g ($3,4 \times 10^{-2}$ mol) trimetoxysilan, và $7,6 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen chứa axit cloplatinic/phức chất vinyl siloxan (chứa $2,3 \times 10^{-7}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch thu được được hóa già ở nhiệt độ 80°C trong 24 giờ. Sau đó, dung môi và các chất phản ứng chưa phản ứng được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 80g hợp chất dạng lỏng.

Trên cơ sở phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất thu được được xác định là có công thức (K).

[Công thức hóa học 73]

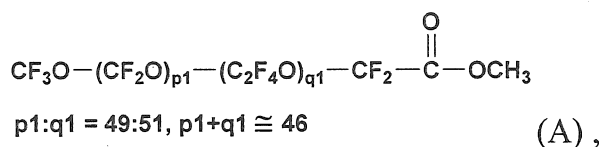


$^1\text{H-NMR}$: δ 0,4-0,6 ($\text{C-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$) 2H; δ 1,2-1,6 ($\text{C-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$) 6H; δ 3,0-3,2 ($\text{CF}_2\text{-CH-O-(CH}_2\text{CH}_2\text{O)}_4\text{-O-CH}_3$) 3H; δ 3,3-3,6 ($\text{-O-(CH}_2\text{CH}_2\text{O)}_4\text{-O-CH}_3$, $\text{-Si(OCH}_3\text{)}_3$) 25H; δ 3,7-3,8 ($\text{CF}_2\text{-CH-O-(CH}_2\text{CH}_2\text{O)}_4\text{-O-CH}_3$) 1H

Ví dụ 4

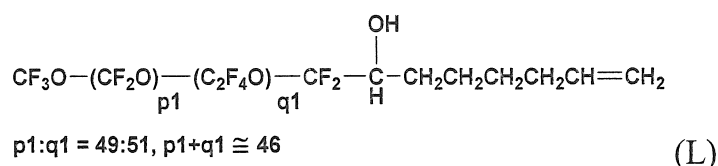
Thiết bị phản ứng được nạp với 272mL dung dịch THF 0,5M chứa 5-hexenylmagie bromua ($1,36 \times 10^{-1}$ mol). Kết hợp khuấy, hỗn hợp chứa 200g ($4,5 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (A):

[Công thức hóa học 74]



400g Asahiklin AC-6000, và 200g PF5060 được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng, được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 6 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 189g polyme chứa flopolyete (khối lượng phân tử trung bình số khoảng 4450) có công thức (L).

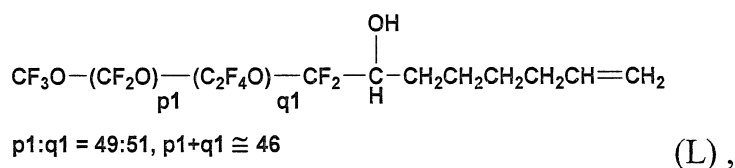
[Công thức hóa học 75]



$^1\text{H-NMR}$: δ 1,3-1,8 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂CH=CH₂) 6H; δ 1,9-2,1 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂CH=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

Trong thiết bị phản ứng, 40g ($9,0 \times 10^{-3}$ mol) hợp chất có công thức (L):

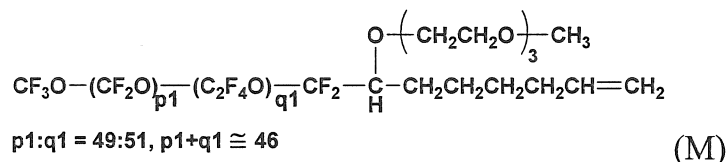
[Công thức hóa học 76]



8,2g ($3,6 \times 10^{-2}$ mol) dietylen glycol-2-brometyl metyl ete và 0,06g ($1,6 \times 10^{-4}$ mol) tetrabutylamoni iodua được trộn. Sau đó, 7,2g ($5,4 \times 10^{-2}$ mol) dung dịch nước natri hydroxit 30% khối lượng được bổ sung vào. Dung dịch thu được được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 24 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng

axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 21g polyme chứa flopolyete có công thức (M).

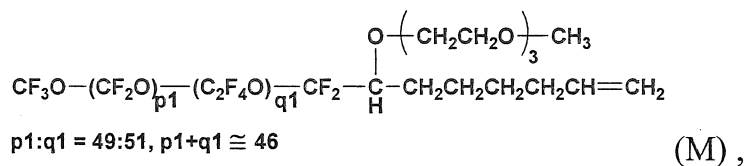
[Công thức hóa học 77]



$^1\text{H-NMR}$: δ 1,3-1,8 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂CH=CH₂) 6H; δ 1,9-2,1 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 3H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 12H; δ 3,7-3,8 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 1H; δ 4,8-5,1 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 5,6-5,8 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 1H

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

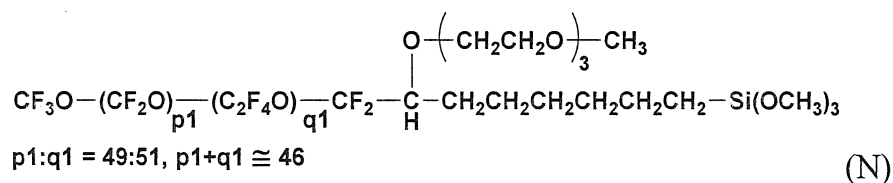
[Công thức hóa học 78]



20g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 1,05g ($8,6 \times 10^{-3}$ mol) trimetoxysilan, và $2,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen chứa axit cloplatinic/phức chất vinyl siloxan (chứa $5,9 \times 10^{-8}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch thu được được hóa già ở nhiệt độ 80°C trong 24 giờ. Sau đó, dung môi và các chất phản ứng chưa phản ứng được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 21g hợp chất dạng lỏng.

Trên cơ sở phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất thu được được xác định là có công thức (N).

[Công thức hóa học 79]

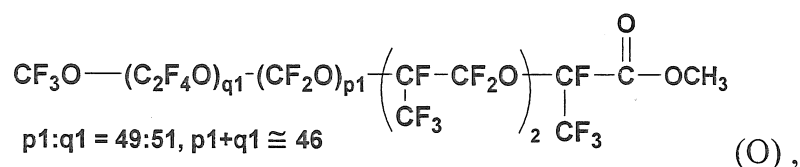


$^1\text{H-NMR}$: δ 0,4-0,6 ($\text{C-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$) 2H; δ 1,1-1,8 ($\text{C-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-Si}$) 10H; δ 3,0-3,2 ($\text{CF}_2\text{-CH-O-(CH}_2\text{CH}_2\text{O)}_3\text{-O-CH}_3$) 3H; δ 3,3-3,6 ($\text{-O-(CH}_2\text{CH}_2\text{O)}_3\text{-O-CH}_3$, $\text{-Si(OCH}_3\text{)}_3$) 21H; δ 3,7-3,8 ($\text{CF}_2\text{-CH-O-(CH}_2\text{CH}_2\text{O)}_3\text{-O-CH}_3$) 1H

Ví dụ 5

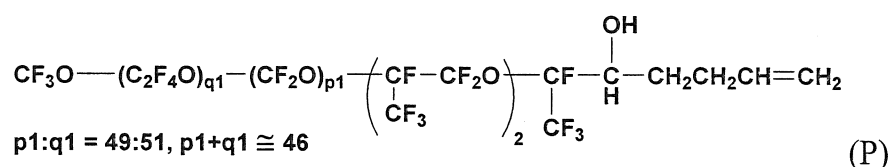
Thiết bị phản ứng được nạp với 126mL dung dịch THF 0,5M chứa 3-butenylmagie bromua ($6,3 \times 10^{-2}$ mol). Kết hợp khuấy, hỗn hợp chứa 100g ($2,1 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (O):

[Công thức hóa học 80]



200g Asahiklin AC-6000, và 100g PF5060 được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng, được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 6 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 96g polyme chứa flopolyete (khối lượng phân tử trung bình số khoảng 4800) có công thức (P).

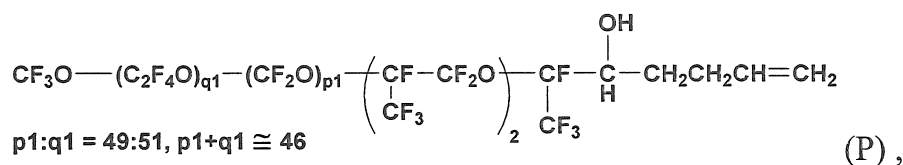
[Công thức hóa học 81]



$^1\text{H-NMR}$: δ 1,4-1,7 ($\text{C-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$) 2H; δ 1,9-2,2 ($\text{C-CH}_2\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$, $\text{-CF(CF}_3\text{)-CH(OH)-CH}_2\text{-}$) 3H; δ 3,5-3,7 ($\text{-CF(CF}_3\text{)-CH(OH)-CH}_2\text{-}$) 1H; δ 4,8-4,9 ($\text{-CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$) 2H; δ 5,5-5,6 ($\text{-CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$) 1H

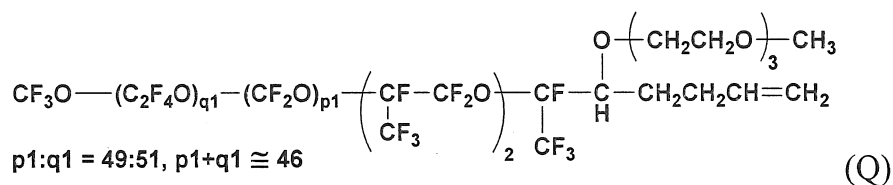
Trong thiết bị phản ứng, 40g ($8,2 \times 10^{-3}$ mol) hợp chất có công thức (P):

[Công thức hóa học 82]



7,5g ($3,3 \times 10^{-2}$ mol) dietylen glycol-2-brometyl methyl ete và 0,06g ($1,6 \times 10^{-4}$ mol) tetrabutylamoni iodua được trộn. Sau đó, 6,6g ($4,9 \times 10^{-2}$ mol) dung dịch nước natri hydroxit 30% khối lượng được bổ sung vào. Dung dịch thu được được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 24 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 38g polyme chứa flopolyete có công thức (Q).

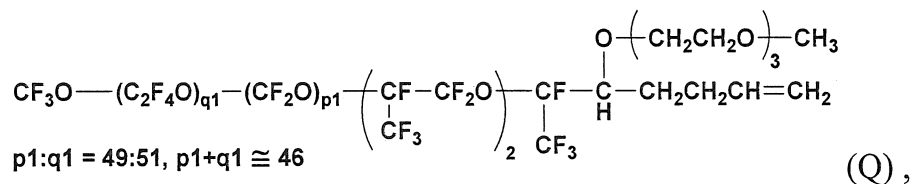
[Công thức hóa học 83]



$^1\text{H-NMR}$: δ 1,5-1,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 2,1-2,3 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 3H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 12H; δ 3,6-3,8 (CF(CF₃)-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 1H; δ 5,0-5,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 5,7-5,8 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 1H

Trong thiết bị phản ứng, 20g ($4,1 \times 10^{-3}$ mol) hợp chất có công thức (Q):

[Công thức hóa học 84]

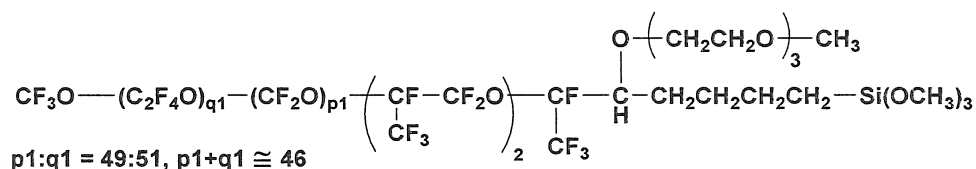


20g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 1,0g ($8,2 \times 10^{-3}$ mol) trimetoxysilan, và $1,9 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen chứa axit cloplatinic/phức chất vinyl siloxan (chứa $5,9 \times 10^{-8}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch thu được được hóa già ở nhiệt độ 80°C trong 24 giờ. Sau đó, dung

môi và các chất phản ứng chưa phản ứng được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 19g hợp chất dạng lỏng.

Trên cơ sở phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất thu được được xác định là có công thức (R).

[Công thức hóa học 85]



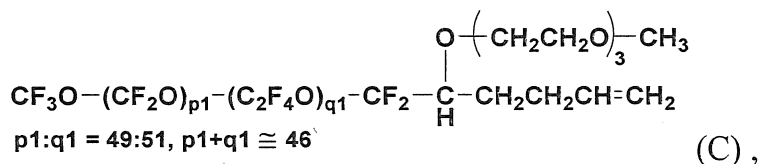
(R)

$^1\text{H-NMR}$: δ 0,4-0,6 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 2H; δ 1,2-1,7 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 4H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 3H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃, -Si(OCH₃)₃) 21H; δ 3,7-3,8 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 1H

Ví dụ 6

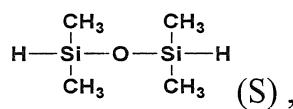
Trong thiết bị phản ứng, 40g ($8,7 \times 10^{-3}$ mol) hợp chất có công thức (C):

[Công thức hóa học 86]



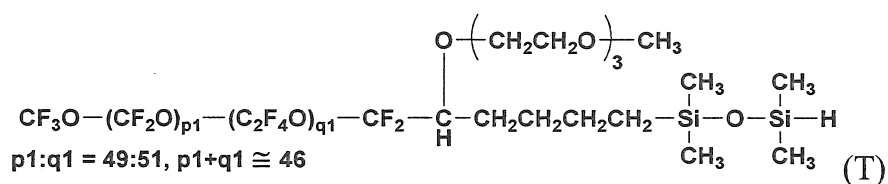
11,7g ($8,7 \times 10^{-2}$ mol) siloxan có công thức (S):

[Công thức hóa học 87]



và 40g 1,3-bis(triflometyl)benzen được trộn và gia nhiệt ở nhiệt độ 80°C. Sau đó, $3,9 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen chứa axit cloplatinic/phức chất vinyl siloxan (chứa $1,2 \times 10^{-7}$ mol Pt) được bổ sung vào hỗn hợp này, được hóa già ở nhiệt độ 80°C trong 24 giờ. Sau đó, dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 41g polyme chứa flopolyete có công thức (T).

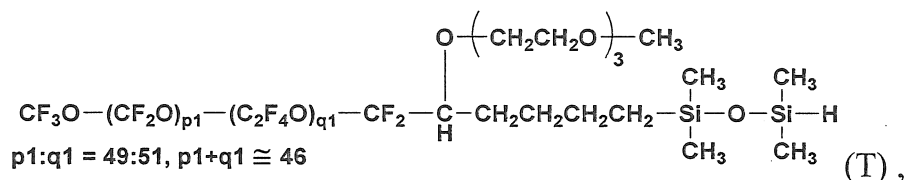
[Công thức hóa học 88]



$^1\text{H-NMR}$: δ 0-0,3 (-Si-(CH₃)₂-) 12H; δ 0,4-0,6 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 2H; δ 1,2-1,7 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 6H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 3H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 12H; δ 3,7-3,8 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 1H; δ 3,9-4,1 (-Si(CH₃)₂-H) 1H

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

[Công thức hóa học 89]

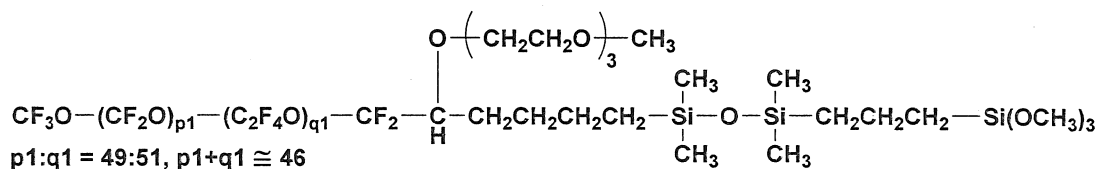


20g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 1,36g ($8,4 \times 10^{-3}$ mol) allyltrimetoxysilan, và $2,0 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen chứa axit cloplatinic/phức chất vinyl siloxan (chứa $6,0 \times 10^{-8}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch thu được được hóa già ở nhiệt độ 80°C trong 24 giờ. Sau đó, dung môi và các chất phản ứng chưa phản ứng được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 20g hợp chất dạng lỏng.

[0142]

Trên cơ sở phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất thu được được xác định là có công thức (U).

[Công thức hóa học 90]



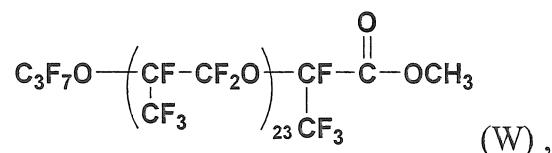
(U)

$^1\text{H-NMR}$: δ 0-0,3 ($-\text{Si}(\text{CH}_3)_2-$) 12H; δ 0,4-0,7 ($\text{C}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si}$, $\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si}$) 6H; δ 1,2-1,8 ($\text{C}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si}$, $\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si}$) 8H; δ 3,0-3,2 ($\text{CF}_2-\text{CH}-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_3-\text{O}-\text{CH}_3$) 3H; δ 3,3-3,6 ($-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_3-\text{O}-\text{CH}_3$, $-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$) 21H; δ 3,7-3,8 ($\text{CF}_2-\text{CH}-\text{O}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_3-\text{O}-\text{CH}_3$) 1H

Ví dụ 7

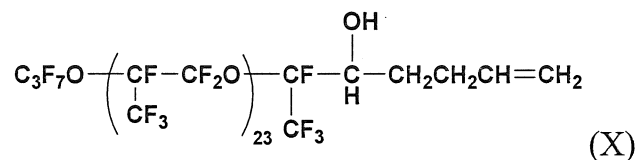
Thiết bị phản ứng được nạp với 288mL dung dịch THF 0,5M chứa 3-butenylmagie bromua ($1,4 \times 10^{-1}$ mol). Kết hợp khuấy, hỗn hợp chứa 200g ($4,8 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (W):

[Công thức hóa học 91]



400g Asahiklin AC-6000, và 200g PF5060 được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng, được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 6 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 188g polyme chứa flopolyete (khối lượng phân tử trung bình số khoảng 4290) có công thức (X).

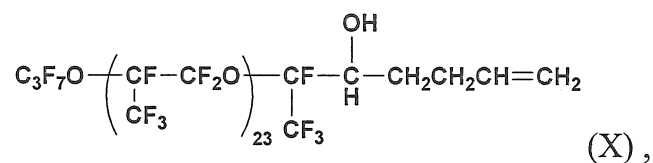
[Công thức hóa học 92]



$^1\text{H-NMR}$: δ 1,4-1,7 ($\text{C}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$) 2H; δ 1,9-2,2 ($\text{C}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$) 2H; δ 2,4-2,6 ($-\text{CF}_2-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2-$) 1H; δ 3,9-4,0 ($-\text{CF}_2-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2-$) 1H; δ 4,7-4,9 ($-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$) 2H; δ 5,5-5,7 ($-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$) 1H

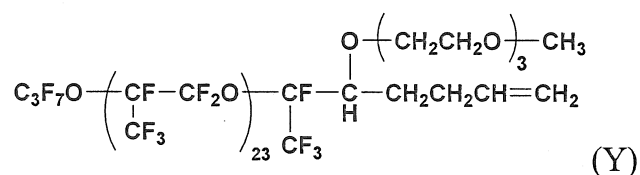
Trong thiết bị phản ứng, 100g ($2,3 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (X):

[Công thức hóa học 93]



21g ($9,2 \times 10^{-2}$ mol) dietylen glycol-2-brometyl metyl ete, và 0,17g ($4,6 \times 10^{-4}$ mol) tetrabutylamoni iodua được trộn. Sau đó, 18g ($1,4 \times 10^{-1}$ mol) dung dịch nước natri hydroxit 30% khối lượng được bổ sung vào. Dung dịch thu được được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 24 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 89g polyme chứa flopolyete có công thức (Y).

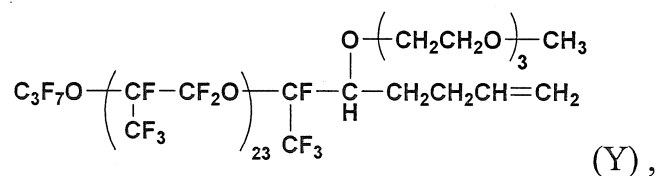
[Công thức hóa học 94]



$^1\text{H-NMR}$: δ 1,5-1,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 2,0-2,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 3H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 12H; δ 3,9-4,0 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 1H; δ 4,8-5,1 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H; δ 5,6-5,8 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 1H

Trong thiết bị phản ứng, 80g ($1,7 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (Y):

[Công thức hóa học 95]

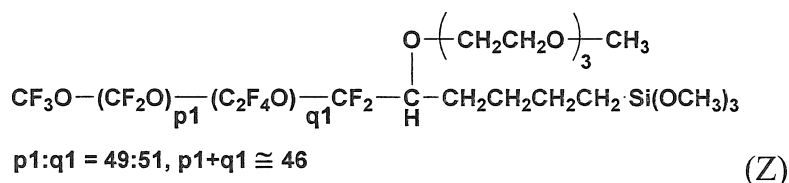


80g 1,3-bis(triflometyl)benzen, 4,2g ($3,4 \times 10^{-2}$ mol) trimetoxysilan, và $7,6 \times 10^{-2}$ g dung dịch toluen chứa axit cloplatinic/phức chất vinyl siloxan (chứa $2,3 \times 10^{-7}$ mol Pt) được trộn. Dung dịch thu được được hóa già ở nhiệt độ 80°C trong 24 giờ. Sau đó, dung

môi và các chất phản ứng chưa phản ứng được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 78g hợp chất dạng lỏng.

Trên cơ sở phân tích $^1\text{H-NMR}$, hợp chất thu được được xác định là có công thức (Z).

[Công thức hóa học 96]

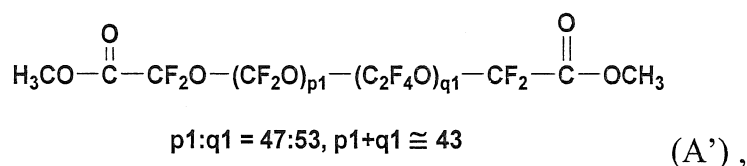


$^1\text{H-NMR}$: δ 0,4-0,6 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 2H; δ 1,2-1,6 (C-CH₂CH₂CH₂CH₂-Si) 6H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 3H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃, -Si(OCH₃)₃) 21H; δ 3,9-4,0 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 1H

Ví dụ 8

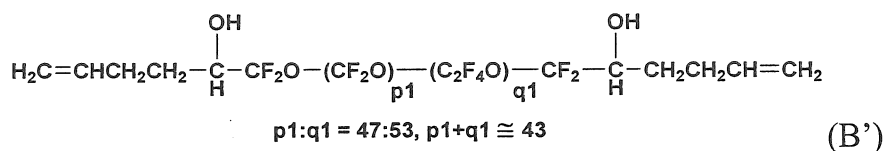
Thiết bị phản ứng được nạp với 282mL dung dịch THF 0,5M chứa 3-butenylmagie bromua ($1,4 \times 10^{-1}$ mol). Kết hợp khuấy, hỗn hợp chứa 100g ($2,4 \times 10^{-2}$ mol) hợp chất có công thức (A'):

[Công thức hóa học 97]



200g Asahiklin AC-6000, và 100g PF5060 được bổ sung từng giọt vào thiết bị phản ứng, được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 6 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 94g polyme chứa flopolyete (khối lượng phân tử trung bình số khoảng 4400) có công thức (B').

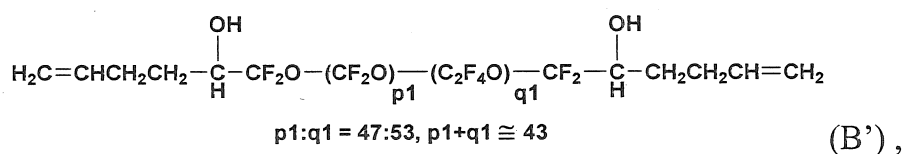
[Công thức hóa học 98]



$^1\text{H-NMR}$: 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

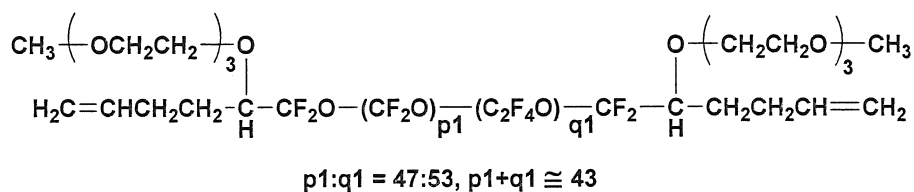
Trong thiết bị phản ứng, 40g ($9,4 \times 10^{-3}$ mol) hợp chất có công thức (B'):

[Công thức hóa học 99]



17,0g ($7,5 \times 10^{-2}$ mol) dietylen glycol-2-brometyl metyl ete và 0,14g ($3,8 \times 10^{-4}$ mol) tetrabutylamonii iodua được trộn. Sau đó, 14g ($1,1 \times 10^{-1}$ mol) dung dịch nước natri hydroxit 30% khối lượng được bổ sung vào. Dung dịch thu được được gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C trong 24 giờ. Ở thời điểm kết thúc gia nhiệt, dung dịch thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng, và dung dịch nước axit hydrocloric được bổ sung từng giọt vào. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo được thu hồi bằng quy trình phân tách và rửa bằng axeton. Lớp bên dưới hoặc lớp hợp chất flo sau khi rửa được thu hồi một lần nữa. Dung môi còn dư được chưng cất loại bỏ trong điều kiện chân không, để thu được 39g polyme chứa flopolyete có công thức (C').

[Công thức hóa học 100]

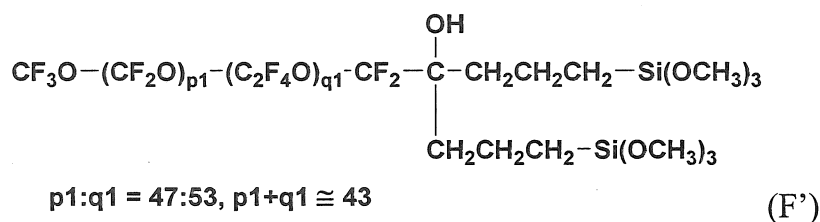


(C')

$^1\text{H-NMR}$: δ 1,5-1,7 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 4H; δ 1,9-2,1 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 4H; δ 3,0-3,2 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 6H; δ 3,3-3,6 (-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 24H; δ 3,7-3,8 (CF₂-CH-O-(CH₂CH₂O)₃-O-CH₃) 2H; δ 5,0-5,2 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 4H; δ 5,7-5,8 (C-CH₂CH₂CH=CH₂) 2H

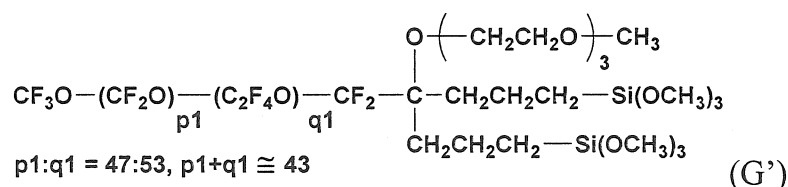
Ví dụ so sánh 2

[Công thức hóa học 104]



Ví dụ so sánh 3

[Công thức hóa học 105]



Điều chế chế phẩm xử lý bề mặt và chế tạo màng hóa cứng

Các chế phẩm xử lý bề mặt được điều chế bằng cách hòa tan các polyme chứa flopolyete có công thức (D) và (K) thu được theo các ví dụ 1 và 3 hoặc các polyme có công thức (E'), (F') và (G') thu được theo các ví dụ so sánh 1, 2 và 3 trong Novec 7200 (etyl perflubutyl ete 3M) ở nồng độ bằng 20% khối lượng. Mỗi chế phẩm xử lý bề mặt (4 μ L) được lắng đọng bằng cách bay hơi chân không trong các điều kiện bao gồm áp suất $3,0 \times 10^{-3}$ Pa và nhiệt độ gia nhiệt 500°C lên thủy tinh có bề mặt ngoài cùng được xử lý bằng SiO₂ ở chiều dày bằng 10nm (Gorilla do Corning cung cấp). Lớp lắng đọng được hóa cứng ở nhiệt độ 25°C và độ ẩm 50% trong 12 giờ, để thu được màng hóa cứng có chiều dày bằng 8nm.

Đánh giá khả năng chống thấm nước/dầu

Đánh giá khả năng chống thấm nước/dầu ban đầu

Bằng cách sử dụng thiết bị đo góc tiếp xúc Drop Master (Kyowa Interface Science Co., Ltd.), màng hóa cứng trên thủy tinh được đo góc tiếp xúc với nước là chỉ số về khả năng chống thấm nước (giọt có thể tích bằng 2 μ L, nhiệt độ 25°C, độ ẩm 40%). Các kết quả (góc tiếp xúc ban đầu với nước) được thể hiện trong Bảng 1.

Ở thời điểm ban đầu, toàn bộ các màng theo các ví dụ và các ví dụ so sánh có khả năng chống thấm nước rất cao.

Đánh giá khả năng chống mài 1

Bằng cách sử dụng thiết bị thử nghiệm ma sát (Shvào Scientific Co., Ltd.), màng hóa cứng trên thủy tinh được cọ xát 10000 chu kỳ trong các điều kiện được thể hiện dưới đây. Sau đó, màng hóa cứng được đo tương tự về góc tiếp xúc với nước (khả năng chống thấm nước) dưới dạng đánh giá khả năng chống mài 1. Các điều kiện môi trường thử nghiệm bao gồm nhiệt độ 25°C và độ ẩm 40%. Các kết quả (góc tiếp xúc với nước sau khi mài mòn) được thể hiện trong Bảng 1.

Khả năng chống mài mòn với dụng cụ cạo

Dụng cụ cạo: do Minoan cung cấp

Diện tích tiếp xúc: 6 mm²

Khoảng cách dịch chuyển (một chiều): 40 mm

Tốc độ dịch chuyển: 3200 mm/phút

Tải trọng: 1 kg/6 mm²

Bảng 1

	Góc tiếp xúc ban đầu với nước (°)	Góc tiếp xúc với nước sau khi mài mòn (°)
Ví dụ 1	117	107
Ví dụ 3	115	110
Ví dụ so sánh 1	115	45
Ví dụ so sánh 2	114	68
Ví dụ so sánh 3	114	97

Đánh giá khả năng chống mài mòn 2

Bằng cách sử dụng thiết bị thử nghiệm ma sát (Shvào Scientific Co., Ltd.), màng hóa cứng trên thủy tinh được cọ xát 15000 chu kỳ trong các điều kiện được thể hiện dưới đây. Sau đó, màng hóa cứng được đo tương tự về góc tiếp xúc với nước (khả năng chống thấm nước) dưới dạng đánh giá khả năng chống mài mòn 2. Để đánh giá, góc tiếp xúc với nước bằng 100° hoặc cao hơn trong số 8 lần thử nghiệm mài mòn được coi là đạt, và tỷ lệ đạt được tính toán. Các điều kiện môi trường thử nghiệm bao gồm nhiệt độ 25°C và độ

ảm 40%. Các kết quả (tỷ lệ đạt của góc tiếp xúc với nước sau khi mài mòn bằng 100° hoặc cao hơn) được thể hiện trong Bảng 2.

Khả năng chống mài mòn với dụng cụ cạo

Dụng cụ cạo: do Minoan cung cấp

Diện tích tiếp xúc: 6 mm²

Khoảng cách dịch chuyển (một chiều): 40 mm

Tốc độ dịch chuyển: 3200 mm/phút

Tải trọng: 1 kg/6 mm²

Bảng 2

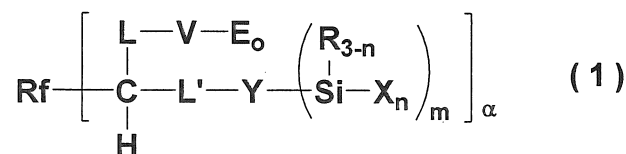
	Tỷ lệ đạt của góc tiếp xúc với nước sau khi mài mòn bằng 100° hoặc cao hơn (%)
Ví dụ 1	75
Ví dụ 3	89
Ví dụ so sánh 1	0
Ví dụ so sánh 2	0
Ví dụ so sánh 3	0

Do các polyme theo các ví dụ 1 và 3 và ví dụ so sánh 3 có nhóm polyete trong phân tử, nên góc tiếp xúc với nước sau 10000 chu kỳ thử nghiệm mài mòn bằng dụng cụ cạo tốt hơn góc tiếp xúc với nước của các polyme theo các ví dụ so sánh 1 và 2 không có nhóm polyete trong phân tử. Hơn nữa, do các polyme theo các ví dụ 1 và 3 có ít nhóm gắn kết với nền hơn polyme theo ví dụ so sánh 3, nên các polyme này có độ di động phân tử rất cao trên nền, do đó góc tiếp xúc với nước được duy trì ở 100° hoặc cao hơn. Ngoài ra, tỷ lệ đạt trong thử nghiệm độ bền chống mài mòn sau 15000 chu kỳ cũng rất cao.

YÊU CẦU BẢO HỘ

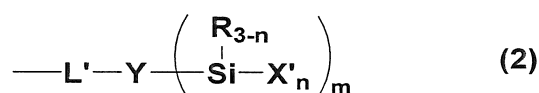
1. Polyme chứa flopolyete có công thức (1):

[Công thức hóa học 1]



trong đó Rf là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một hoặc hóa trị hai, L độc lập là dị nguyên tử hóa trị hai, L' là liên kết đơn, Y độc lập là nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm C₃-C₁₀ alkylen, nhóm alkylen chứa C₆-C₈ arylen, nhóm hóa trị hai có các gốc alkylen được liên kết thông qua nguyên tử oxy, nhóm hóa trị hai có các gốc alkylen được liên kết thông qua cấu trúc silalkylen hoặc cấu trúc silarylen, nhóm hóa trị hai đến hóa trị bốn có gốc C₂-C₁₀ alkylen được liên kết với mỗi liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai đến hóa trị bốn có từ 2 đến 10 nguyên tử silic hoặc nhóm hóa trị hai đến hóa trị bốn có gốc C₂-C₁₀ alkylen được liên kết với mỗi liên kết hóa trị của gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng hóa trị hai đến hóa trị bốn có từ 3 đến 10 nguyên tử silic, R độc lập là C₁-C₄ alkyl hoặc phenyl, X độc lập là hydroxy hoặc nhóm có thể thủy phân, hoặc nhóm có công thức (2):

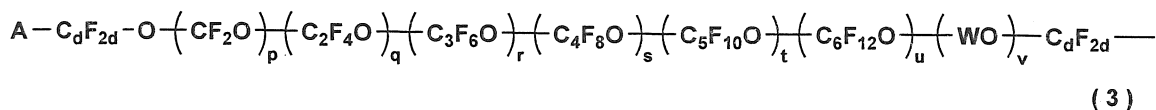
[Công thức hóa học 2]



trong đó n độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3 đối với mỗi nguyên tử silic, m độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, X' là hydroxyl hoặc nhóm có thể thủy phân, V độc lập là liên kết đơn hoặc nhóm hóa trị hai đến hóa trị sáu được chọn từ nhóm silalkylen, nhóm silarylen, các gốc polysiloxan hữu cơ mạch thẳng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 2 đến 10 nguyên tử silic hoặc các gốc polysiloxan hữu cơ mạch nhánh hoặc mạch vòng hóa trị hai đến hóa trị sáu có từ 3 đến 10 nguyên tử silic, E độc lập là nhóm polyete hóa trị một, o độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 5, và α bằng 1 hoặc 2.

2. Polyme chứa flopolyete theo điểm 1, trong đó α trong công thức (1) bằng 1, và Rf là nhóm có công thức (3):

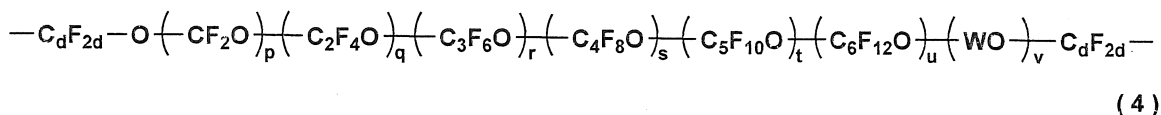
[Công thức hóa học 3]



trong đó A là flo, hydro, hoặc nhóm floalky được kết thúc bằng nhóm $-CF_3$, W độc lập là nhóm floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, d độc lập với nhau 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 các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với p, q, r, s, t, u và v có thể được liên kết ngẫu nhiên.

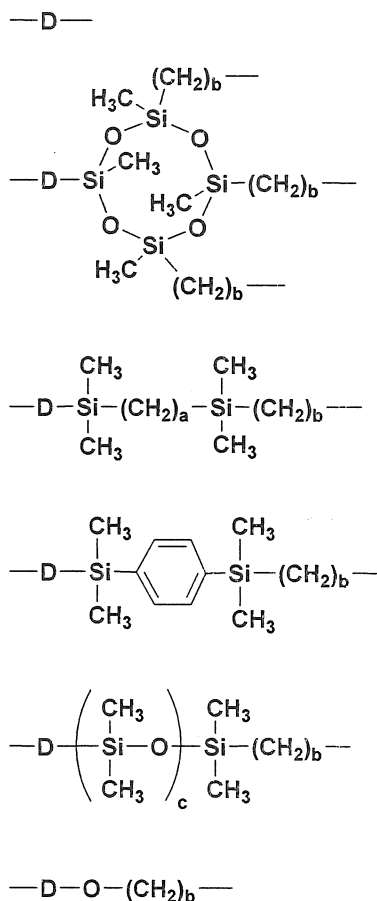
3. Polyme chứa flopolyete theo điểm 1, trong đó α trong công thức (1) bằng 2, và Rf là nhóm có công thức (4):

[Công thức hóa học 4]



trong đó W độc lập là nhóm floalkylen chứa ít nhất một nguyên tử hydro, d độc lập với nhau 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 các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với p, q, r, s, t, u và v có thể được liên kết ngẫu nhiên.

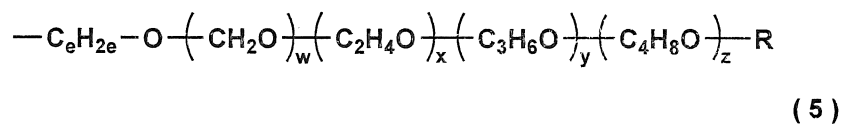
4. Polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó trong công thức (1), Y là nhóm được chọn từ công thức sau:



trong đó D là nhóm C₂-C₈ alkylen, “a” là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4, b độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 10, và c là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 9.

5. Polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó E trong công thức (1) là nhóm có công thức (5):

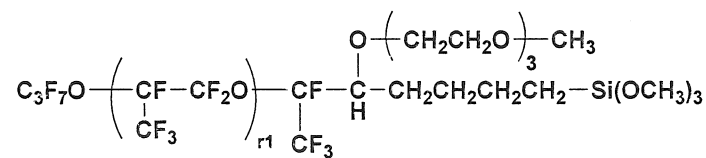
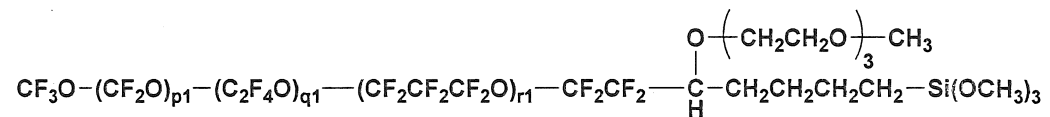
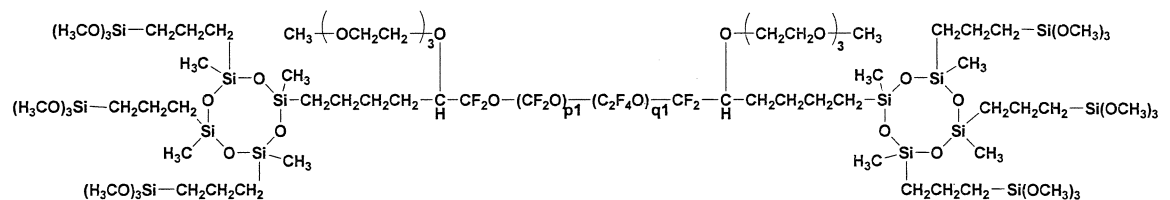
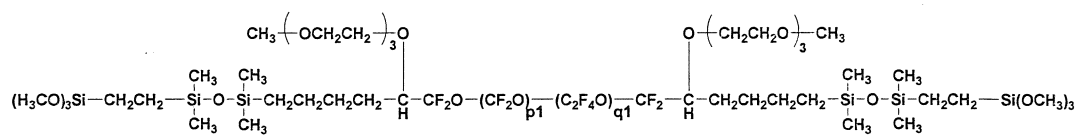
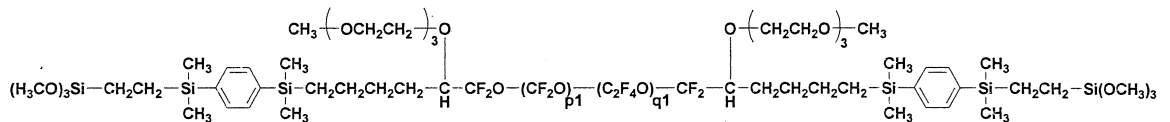
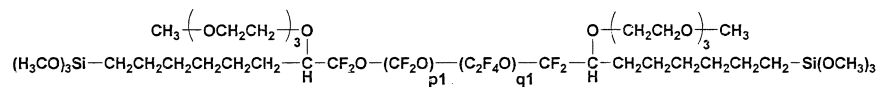
[Công thức hóa học 5]



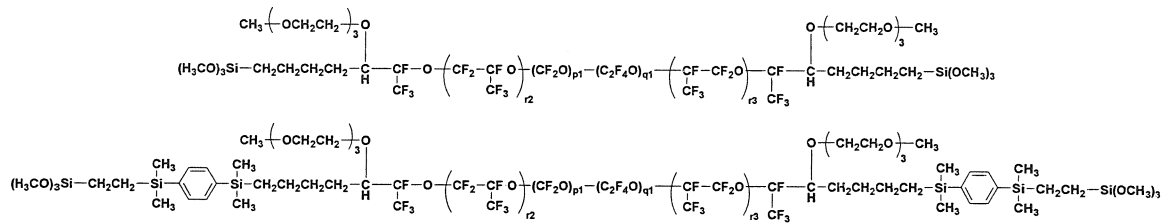
trong đó R là C₁-C₄ alkyl hoặc phenyl, e là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4, mỗi w, x, y và z là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 30, w+x+y+z nằm trong khoảng từ 1 đến 50, mỗi đơn vị liên quan đến w, x, y và z có thể là mạch thẳng hoặc mạch nhánh, và các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với w, x, y và z có thể được liên kết ngẫu nhiên.

7. Polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó polyme có công thức (1) được chọn từ các polyme có công thức sau:

[illegible]

$$\text{CF}_3\text{O}-(\text{CF}_2\text{O})_{p1}-(\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_{q1}-\left(\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CF}_2\text{O}\right)_{r1}-\text{CF}(\text{CF}_3)-\text{CH}\left(\text{O}-\left(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}\right)_3\text{CH}_3\right)-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$$

$$\text{CH}_3(\text{---OCH}_2\text{CH}_2\text{---})_3\text{O} \text{---} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{---} \underset{\text{(H}_3\text{CO)}_3\text{Si}}{\text{C}} \text{---CF}_2\text{O---}(\text{CF}_2\text{O})_{p1}\text{---}(\text{C}_2\text{F}_4\text{O})_{q1}\text{---CF}_2\text{---} \underset{\text{O---}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_3\text{CH}_3}{\text{C}} \text{---CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{---Si(OCH}_3\text{)}_3$$


77



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 các đơn vị lặp lại riêng lẻ nằm trong ngoặc đơn với p_1 , q_1 , r_1 , r_2 , và r_3 có thể được liên kết ngẫu nhiên.

8. Chế phẩm xử lý bề mặt chứa polyme chứa flopolyete theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7 và/hoặc sản phẩm ngưng tụ (thủy phân) một phần của nó.

9. Chế phẩm xử lý bề mặt theo điểm 8 trong đó nhóm flopolyete trong polyme chứa flopolyete là gốc polyme chứa flooxyalkylen hóa trị một ở một đầu của chuỗi phân tử.

10. Vật phẩm có bề mặt được xử lý bằng chế phẩm xử lý bề mặt theo điểm 8 hoặc 9.