



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
1-0053821
(51)^{2022.01} C08L 83/14; C09D 183/14; C09D (13) B
183/04; C08K 3/011

(21) 1-2023-06261 (22) 08/03/2022
(86) PCT/JP2022/009959 08/03/2022 (87) WO2022/196430 A1 22/09/2022
(30) 2021-043634 17/03/2021 JP
(45) 25/11/2025 452 (43) 26/02/2024 431
(73) THREEBOND CO., LTD. (JP)
4-3-3 Minamiosawa, Hachioji-shi, Tokyo 192-0398 Japan
(72) KUBOYAMA, Toshifumi (JP).
(74) Công ty TNHH Quốc tế D & N (D&N INTERNATIONAL CO.,LTD.)

(54) CHẾ PHẨM ĐÓNG RẮN ĐƯỢC, VÀ LỚP PHỦ ĐƯỢC ĐÓNG RẮN, VẬT
PHẨM VÀ PHƯƠNG PHÁP TẠO LỚP PHỦ BẰNG CÁCH SỬ DỤNG CHẾ
PHẨM NÀY

(21) 1-2023-06261

(57) Chế phẩm đóng rắn được bao gồm: thành phần (A) là hợp chất polysiloxazan có trọng lượng phân tử trung bình khối từ 3000 đến 10000 và trọng lượng phân tử trung bình số từ 2000 đến 8000 và có cấu trúc đặc trưng; và thành phần (B) là hợp chất silicon có nhóm silyl thủy phân được hoặc nhóm hydroxy.

Theo sáng chế, chế phẩm đóng rắn được có thể tạo thành lớp phủ có khả năng chống bám nước và đặc tính trượt tốt và có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu được đề xuất.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ được đóng rắn có đặc tính trượt và chống bám nước tốt, và lớp phủ được đóng rắn, vật phẩm và phương pháp tạo lớp phủ bằng cách sử dụng chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chế phẩm đóng rắn được vẫn thường được sử dụng và gia công trên tấm thép phủ của thân ô tô nhằm mục đích bảo vệ và cải thiện vẻ đẹp bên ngoài. Ví dụ, công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2014-139301 bộc lộ chế phẩm đóng rắn được chứa hợp chất polysilazan làm thành phần chính và có đặc tính trượt và chống bám nước tuyệt vời.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Tuy nhiên, rất khó để thỏa mãn tất cả độ ổn định của lớp phủ trong quá trình gia công ban đầu (độ ổn định của góc tiếp xúc của lớp phủ trong quá trình gia công ban đầu), khả năng chống bám nước đủ lớn (nghĩa là góc tiếp xúc của giọt nước đủ lớn) và đặc tính trượt đủ (nghĩa là góc trượt của giọt nước đủ nhỏ) với sự cân bằng tốt kể cả đối với chế phẩm đóng rắn được được mô tả trong công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2014-139301.

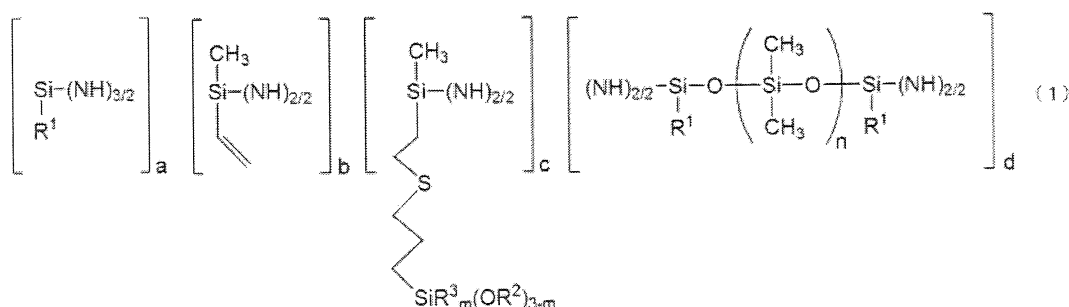
Sáng chế này được tạo ra trên cơ sở xem xét các điều kiện hoàn cảnh nêu trên, và mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm đóng rắn được có thể tạo thành lớp phủ có

đặc tính trượt và chống bám nước tốt, cũng như có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu. Ngoài ra, mục đích khác của sáng chế là đề xuất lớp phủ được đóng rắn, vật phẩm và phương pháp tạo thành lớp phủ bằng cách sử dụng chế phẩm đóng rắn được nêu trên.

Nhờ các nghiên cứu chuyên sâu nhằm đạt được các mục đích nêu trên, tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng chế phẩm đóng rắn được được mô tả chi tiết sau đây có thể tạo thành lớp phủ có đặc tính trượt và chống bám nước tốt, đồng thời cũng có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu, và từ đó đã tạo ra được sáng chế này.

Sau đây, nội dung chính của sáng chế sẽ được mô tả.

1. Chế phẩm đóng rắn được bao gồm: thành phần (A) là hợp chất polysiloxazan có trọng lượng phân tử trung bình khối từ 3000 đến 10000 và trọng lượng phân tử trung bình số từ 2000 đến 8000; và thành phần (B) là hợp chất silicon có nhóm silyl thủy phân được hoặc nhóm hydroxy, trong đó thành phần (A) chứa các đơn vị cấu tạo a đến d được biểu thị bằng công thức (1), và tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a:b:c:d là 5 đến 15: 1 đến 3: 6 đến 10: 0,5 đến 1,5:



(Trong công thức (1), R^1 là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, và R^2 và R^3 mỗi nhóm độc lập là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon; và m là 0 hoặc 1 và n là số nguyên từ 30 đến 100).

2. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm 1, trong đó m trong thành phần (A) là 0.
3. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm 1 hoặc 2, trong đó R^1 trong thành phần (A) là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 4 đến 8 nguyên tử cacbon.
4. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó thành phần (B) có độ nhớt động học ở 25°C là từ 1 đến $500 \text{ mm}^2/\text{giây}$.
5. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó thành phần (B) chứa hợp chất silicon có, ở đầu tận cùng, một hoặc nhiều nhóm chức được chọn từ nhóm bao gồm nhóm dialkoxysilyl, nhóm trialkoxysilyl, nhóm silanol và nhóm carbinol.
6. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó thành phần (B) được chứa với lượng từ 0,1 đến 500 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của thành phần (A).
7. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó chế phẩm này còn bao gồm chất xúc tác là thành phần (C).
8. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm 7, trong đó thành phần (C) chứa một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm hợp chất thiếc hữu cơ, hợp chất titan hữu cơ, hợp chất nhôm hữu cơ, hợp chất muối nhôm, hợp chất kẽm hữu cơ, hợp chất ziricon

hữu cơ, hợp chất axit vô cơ, hợp chất axit hữu cơ, hợp chất bazơ vô cơ và hợp chất bazơ hữu cơ.

9. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó chế phẩm này còn bao gồm dung môi hữu cơ là thành phần (D).

10. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm 9, trong đó thành phần (D) là dung môi hydrocacbon thơm hoặc dung môi hydrocacbon béo.

11. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm 9 hoặc 10, trong đó thành phần (D) được chứa với lượng từ 200 đến 15000 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của thành phần (A).

12. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó chế phẩm đóng rắn được này được sử dụng để tạo thành lớp phủ trên bề mặt của nền được chọn từ nhóm bao gồm kim loại, thủy tinh, gốm, nhựa, sợi, tấm thép, và tấm thép ngoại thất.

13. Lớp phủ được đóng rắn thu được bằng cách đóng rắn chế phẩm đóng rắn được nêu trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12.

14. Vật phẩm bao gồm lớp phủ được đóng rắn nêu trong điểm 13, trong đó vật phẩm này được chọn từ nhóm bao gồm ô tô, xe máy, xe đạp, phương tiện giao thông đường sắt, tấm pin năng lượng mặt trời, máy bán hàng tự động, và tòa nhà.

15. Phương pháp tạo lớp phủ, bao gồm bước phủ chế phẩm đóng rắn được nêu trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11 lên bề mặt nền, và đóng rắn chế phẩm đóng rắn được trên nền này.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

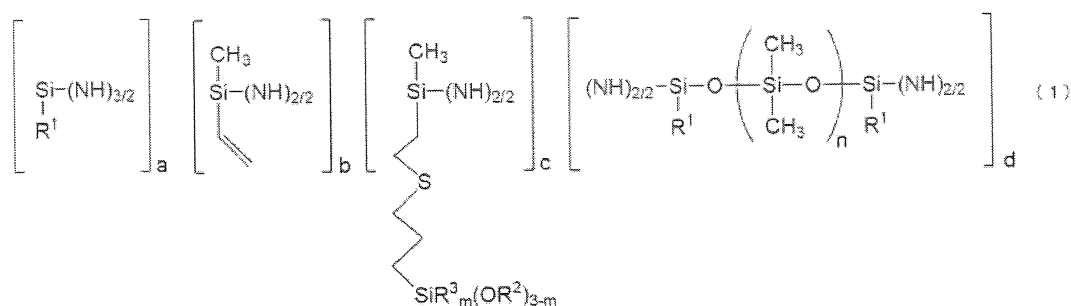
Fig.1 là phổ IR của polysiloxazan 1 được sử dụng trong ví dụ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết. Sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án sau đây. Thuật ngữ "X đến Y" được sử dụng ở đây có nghĩa là bao gồm các trị số được mô tả trước và sau thuật ngữ (X và Y) lần lượt là giới hạn dưới và giới hạn trên, và có nghĩa là "X hoặc lớn hơn và Y hoặc nhỏ hơn". Nồng độ và % lần lượt biểu thị nồng độ khối lượng và % theo khối lượng, trừ khi có đề cập khác, và tỷ lệ có nghĩa là tỷ lệ khối lượng trừ khi có đề cập khác. Trừ khi có mô tả cụ thể khác, các quy trình và phép đo các đặc tính vật lý và các đặc tính tương tự được thực hiện trong điều kiện ở nhiệt độ phòng (20 đến 25°C)/độ ẩm tương đối từ 40 đến 55% RH. Thuật ngữ "A và/hoặc B" có nghĩa là bao gồm mỗi trong số A và B, và kết hợp của chúng.

[Chế phẩm đóng rắn được]

Chế phẩm đóng rắn được theo một khía cạnh của sáng chế (sau đây, được gọi là “chế phẩm đóng rắn được” hoặc đơn giản là “chế phẩm”) bao gồm: thành phần (A) là hợp chất polysiloxazan có trọng lượng phân tử trung bình khối từ 3000 đến 10000 và trọng lượng phân tử trung bình số từ 2000 đến 8000; và thành phần (B) là hợp chất silicon có nhóm silyl thủy phân được hoặc nhóm hydroxy, trong đó thành phần (A) chứa các đơn vị cấu tạo a đến d được biểu thị bằng công thức (1), và tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a:b:c:d là 5 đến 15: 1 đến 3: 6 đến 10: 0,5 đến 1,5.



(Trong công thức (1), R^1 là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, và R^2 và R^3 mỗi nhóm độc lập là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, m là 0 hoặc 1 và n là số nguyên từ 30 đến 100).

Nghĩa là, chế phẩm đóng rắn được bao gồm thành phần (A) và thành phần (B), sẽ được mô tả chi tiết sau đây. Bằng cách bao gồm các thành phần này, chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế có thể tạo thành lớp phủ có đặc tính trượt và chống bám nước tuyệt vời, đồng thời cũng có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

Sau đây, mỗi thành phần có trong chế phẩm đóng rắn được sẽ được mô tả.

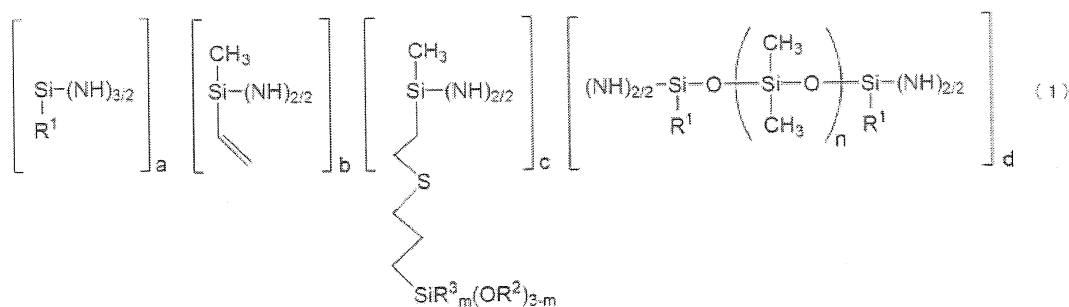
<Thành phần (A)>

Thành phần (A) chứa trong chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế là hợp chất polysiloxazan có trọng lượng phân tử trung bình khối từ 3000 đến 10000 và trọng lượng phân tử trung bình số từ 2000 đến 8000, và chứa các đơn vị cấu tạo a đến d được biểu thị bằng công thức (1) dưới đây, trong đó tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a:b:c:d là 5 đến 15: 1 đến 3: 6 đến 10: 0,5 đến 1,5.

Như được thể hiện trong công thức (1) (công thức thành phần trung bình (1)), thành phần (A) là hợp chất polysiloxazan có các đơn vị cấu tạo được biểu thị bằng công

thức thành phần trung bình với mỗi chỉ số a đến d. Việc tạo lớp phủ chứa hợp chất polysiloxazan trên chất kết dính, chẳng hạn như nền, có thể mang lại các đặc tính chống bám nước, đặc tính trượt, và các đặc tính tương tự cho bề mặt của mặt dính.

Thuật ngữ "hợp chất polysiloxazan" ở đây có nghĩa là hợp chất có cả liên kết Si-N và liên kết Si-O. Hợp chất này thường được biết đến là bị phản ứng thủy phân bởi hơi ẩm trong không khí, nguyên tử nitơ trong phân tử bị loại bỏ để tạo ra amoniac và phản ứng còn được thúc đẩy thêm bởi vì amoniac này là chất xúc tác để hình thành các liên kết Si-O ba chiều. Nhìn chung, "hợp chất polysilazan" đề cập đến hợp chất có nhiều liên kết Si-N, nhưng để phân biệt chúng với hợp chất polysiloxazan, thì "hợp chất polysilazan" ở đây dùng để chỉ hợp chất có liên kết Si-N nhưng không có liên kết Si-O. Trong công thức (1), các đơn vị cấu tạo với mỗi a đến d (sau đây có thể gọi đơn giản lần lượt là "đơn vị cấu tạo a", "đơn vị cấu tạo b", "đơn vị cấu tạo c" và "đơn vị cấu tạo d") được liên kết thông qua liên kết silazan ($\equiv\text{Si-NH-Si}\equiv$). Nghĩa là, các nguyên tử silic chứa trong mỗi đơn vị cấu tạo được liên kết thông qua liên kết silazan. Các đơn vị cấu tạo a đến d được mô tả theo thứ tự này trong công thức (1) sau đây, nhưng thứ tự liên kết của từng đơn vị cấu tạo không bị giới hạn ở thứ tự này và (các) đơn vị cấu tạo được liên kết cũng không bị giới hạn ở mô tả công thức (1). Ví dụ, không phải tất cả các đơn vị cấu tạo a nhất thiết phải được liên kết với đơn vị cấu tạo b thông qua liên kết silazan, và có thể được liên kết với đơn vị cấu tạo bất kỳ trong số các đơn vị cấu tạo b đến d thông qua liên kết trên.



(Trong công thức (1), R^1 là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, và R^2 và R^3 mỗi nhóm độc lập là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, và m là 0 hoặc 1 và n là số nguyên từ 30 đến 100).

Ví dụ về R^1 là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon bao gồm nhóm alkyl mạch thẳng, mạch nhánh hoặc vòng. Ví dụ về chúng bao gồm: nhóm n-propyl, nhóm n-butyl, nhóm n-pentyl, nhóm n-hexyl, nhóm n-heptyl, nhóm n-octyl, nhóm n-nonyl, nhóm n-dexyl, nhóm isopropyl, nhóm isobutyl, nhóm sec-butyl, nhóm tert-butyl, nhóm isoamyl, nhóm tert-pentyl, nhóm neopentyl, nhóm 3-methylpentan-2-yl, nhóm 3-methylpentan-3-yl, nhóm 4-methylpentyl, nhóm 4-methylpentan-2-yl, nhóm 1,3-dimethylbutyl, nhóm 3,3-dimethylbutyl, nhóm 3,3-dimethylbutan-2-yl, nhóm 1-methylhexyl, nhóm 3-methylhexyl, nhóm 4-methylhexyl, nhóm 5-methylhexyl, nhóm 1-ethylpentyl, nhóm 1-(n-propyl)butyl, nhóm 1,1-dimethylpentyl, nhóm 1,4-dimethylpentyl, nhóm 1,1-diethylpropyl, nhóm 1,3,3-trimethylbutyl, và nhóm 1-ethyl-2,2-dimethylpropyl; nhóm xyclopropyl, nhóm xyclobutyl, nhóm xyclopentyl, nhóm xyclohexyl, và nhóm xycloheptyl.

Trong công thức (1), R^1 tốt hơn là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 4 đến 8 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 5 đến 7 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không được thể có từ 5 đến 7 nguyên tử cacbon, và tốt nhất là nhóm alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh không được thể có 6 nguyên tử cacbon.

R^2 và R^3 có thể giống hoặc khác nhau. Ví dụ về nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon của R^2 và R^3 bao gồm nhóm alkyl mạch thẳng, mạch nhánh hoặc vòng (số lượng nguyên tử cacbon của nhóm alkyl mạch nhánh hoặc vòng là từ 3 đến 6). Ví dụ về chúng bao gồm nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm n-propyl, nhóm n-butyl, nhóm n-pentyl, nhóm n-hexyl, nhóm isopropyl, nhóm isobutyl, và nhóm cyclohexyl. Ngoài ra, các ví dụ về chúng cũng bao gồm các nhóm alkyl có từ 3 đến 6 nguyên tử cacbon trong số các ví dụ cụ thể được minh họa cho nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon nêu trên.

Trong công thức (1), R^2 và R^3 tốt hơn là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có 1 đến 3 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có 1 hoặc 2 nguyên tử cacbon.

Từ góc độ về độ ổn định tốt của lớp phủ trong quá trình gia công ban đầu, thì m trong công thức (1) tốt nhất là 0. n tốt hơn là số nguyên từ 33 đến 80, tốt hơn nữa là số nguyên từ 35 đến 60, và tốt nhất là số nguyên từ 38 đến 45.

Trong công thức (1) biểu diễn thành phần (A), tỷ lệ hàm lượng giữa mỗi đơn vị cấu tạo a đến d (tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a đến d (a:b:c:d)) là 5 đến 15: 1 đến 3: 6 đến 10: 0,5 đến 1,5. Ở đây, tỷ lệ hàm lượng của đơn vị cấu tạo d tốt hơn là 0,5.

Trong trường hợp này, tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a đến d (a:b:c:d) là, với tỷ lệ hàm lượng của đơn vị cấu tạo d là 0,5, tốt hơn là 5 đến 15: 1 đến 3: 6 đến 10: 0,5, và tốt hơn nữa là 7,5 đến 12,5: 1,5 đến 2,5: 7 đến 9: 0,5. Nghĩa là, tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a đến d (a:b:c:d) tốt hơn là 10 đến 30: 2 đến 6: 12 đến 20: 1, và tốt hơn nữa là 15 đến 25: 3 đến 5: 14 đến 18: 1. Tỷ lệ mol trong khoảng trên có thể sản xuất ra chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ có khả năng chống bám nước và đặc tính trượt tốt và có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

Một phương án được ưu tiên khác về tỷ lệ hàm lượng giữa mỗi đơn vị cấu tạo a đến d (tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a đến d (a:b:c:d)) là 5 đến 15: 1 đến 3: 6 đến 10: 1, và tốt hơn nữa là 7 đến 13: 1 đến 3: 6 đến 10: 1. Tỷ lệ mol trong khoảng trên có thể sản xuất ra chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ có khả năng chống bám nước và đặc tính trượt tốt và có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

Tỷ lệ hàm lượng giữa mỗi đơn vị cấu tạo a đến d (tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a đến d (a:b:c:d)) có thể được đo bằng GC/MS. Tỷ lệ hàm lượng có thể được điều chỉnh bằng cách thiết lập hàm lượng hợp chất được thêm vào làm nguyên liệu thô của thành phần (A) trong phạm vi thích hợp.

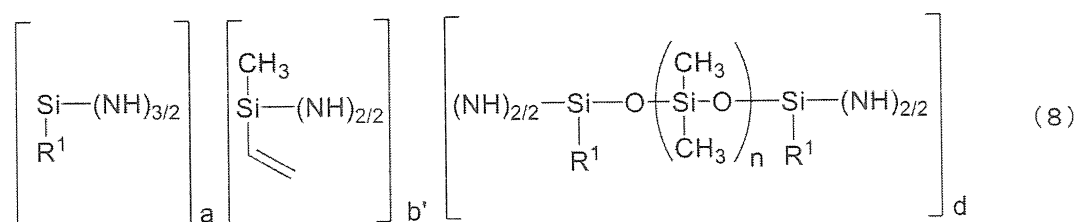
Thành phần (A) có thể chứa thêm đơn vị cấu tạo khác với mỗi đơn vị cấu tạo a đến d đã nêu ở trên. Tuy nhiên, thành phần (A) tốt hơn là bao gồm các đơn vị cấu tạo a đến d nhằm tạo ra chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ có đặc tính trượt và chống bám nước tốt và có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

Thành phần (A) là hợp chất polysiloxazan có các đơn vị cấu tạo a đến d được biểu thị bằng công thức (1) theo tỷ lệ cụ thể, và có trọng lượng phân tử trung bình khối từ 3000 đến 10000 và trọng lượng phân tử trung bình số từ 2000 đến 8000. Tốt hơn là, trọng lượng phân tử trung bình khối của hợp chất polysiloxazan làm thành phần (A) là từ 3500 đến 8000, tốt hơn nữa là từ 4000 đến 7000, và tốt hơn nữa là từ 4500 đến 6000. "Trọng lượng phân tử trung bình khối" ở đây đề cập đến trọng lượng phân tử trung bình khối (M_w) tính theo polystyren được đo bằng sắc ký thẩm thấu gel (GPC). Tốt hơn là, trọng lượng phân tử trung bình số của hợp chất polysiloxazan làm thành phần (A) là từ 2100 đến 7000, tốt hơn nữa là từ 2200 đến 6000, và tốt hơn nữa là từ 2300 đến 5000. "Trọng lượng phân tử trung bình số" ở đây đề cập đến trọng lượng phân tử trung bình số (M_n) tính theo polystyren được đo bằng sắc ký thẩm thấu gel (GPC). Trọng lượng phân tử trung bình khối và/hoặc trọng lượng phân tử trung bình số trong khoảng trên có thể sản xuất ra chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ có khả năng chống bám nước và đặc tính trượt tốt và có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

Chỉ số đa phân tán (M_w/M_n) của hợp chất polysiloxazan làm thành phần (A) tốt hơn là từ 1,10 đến 5,00, tốt hơn nữa là từ 1,20 đến 3,00, và tốt hơn nữa là từ 1,50 đến 2,50. Chỉ số đa phân tán (M_w/M_n) được tính bằng cách chia trọng lượng phân tử trung bình khối (M_w) cho trọng lượng phân tử trung bình số (M_n), được đo bằng phương pháp nêu trên.

Tiếp theo, phương pháp sản xuất hợp chất polysiloxazan có các đơn vị cấu tạo a đến d được biểu thị bằng công thức (1) (công thức thành phần trung bình (1)) (sau đây

gọi tắt là "polysiloxazan (1)") làm thành phần (A) sẽ được mô tả. Hợp chất polysiloxazan chứa nhóm alkoxysilyl theo sáng chế có thể thu được, ví dụ, bằng phương pháp sản xuất trong đó nguyên liệu ban đầu là hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (liên kết etylen không no) có mỗi đơn vị cấu tạo a, b' và d được biểu thị bằng công thức (8) sau đây (công thức thành phần trung bình (8)) (sau đây gọi là "hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (8)"), và tương tự.



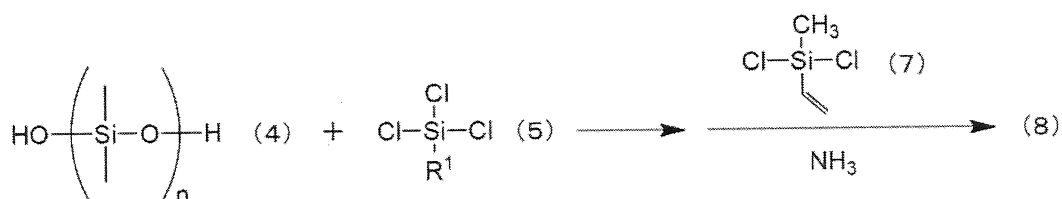
Trong công thức (8), R^1 và n lần lượt giống với R^1 và n trong công thức (1).

Trong công thức (8), tỷ lệ hàm lượng giữa mỗi đơn vị cấu tạo a, b' và d (tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a, b' và d (a:b':d)) tốt nhất là 5 đến 15: 1 đến 16: 0,5 đến 1,5. Ở đây, tỷ lệ hàm lượng của đơn vị cấu tạo d tốt hơn là 0,5. Trong trường hợp này, tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a, b', và d (a:b':d) là, với tỷ lệ hàm lượng của đơn vị cấu tạo d là 0,5, tốt hơn là 5 đến 15: 7 đến 13: 0,5, và tốt hơn nữa là 7,5 đến 12,5: 8,5 đến 11,5: 0,5. Nghĩa là, tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a, b', và d (a:b':d) tốt hơn là 10 đến 30: 14 đến 26: 1, và tốt hơn nữa là 15 đến 25: 17 đến 23: 1.

Một phương án được ưu tiên khác về tỷ lệ hàm lượng giữa mỗi đơn vị cấu tạo a, b', và d (tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a, b', và d (a:b':d)) là 5 đến 15: 7 đến 13: 0,5 đến 1,5, và tốt hơn nữa là 5 đến 15: 7 đến 13: 1, và tốt nhất là 7 đến 13: 7 đến 13: 1.

Trọng lượng phân tử trung bình khối của các polysiloxazan chứa liên kết không no (8) này tính theo polystyren bằng GPC không bị giới hạn cụ thể và tốt hơn là từ 1000 đến 8000.

Đầu tiên, phương pháp sản xuất hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (8) sẽ được mô tả. Hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (8) có thể thu được bằng cách, ví dụ, trộn dầu silicon được biến đổi OH ở cả hai đầu tận cùng được biểu thị bằng công thức (4) dưới đây (sau đây, được gọi là "dầu silicon biến đổi OH tại cả hai đầu tận cùng (4)") và hợp chất clorosilan được biểu thị bằng công thức (5) (sau đây gọi là "hợp chất clorosilan (5)"), sau đó thêm hợp chất clorosilan được biểu thị bằng công thức (7) (sau đây, được gọi là "hợp chất clorosilan (7)"), và đưa amoniac vào hỗn hợp để thực hiện phản ứng trùng hợp phân giải amoniac.



(Trong công thức phản ứng, R^1 và n lần lượt giống với R^1 và n trong công thức (1)).

Dầu silicon được biến đổi OH ở cả hai đầu tận cùng (4) có độ nhớt động học ở 25°C tốt hơn là từ 20 đến 5000 mm²/giây, tốt hơn nữa là từ 30 đến 1500 mm²/giây, và tốt hơn nữa là từ 50 đến 100 mm²/giây. Có sự tương quan giữa độ nhớt động học và n trong công thức (4). Cụ thể, khi độ nhớt động học là 20 đến 5000 mm²/giây, $11 \leq n \leq 400$, và khi độ nhớt động học là 30 đến 1500 mm²/giây, $13 \leq n \leq 300$. "Độ nhớt động

học" có thể được đo theo tiêu chuẩn JIS K2283 :2000, và giá trị độ nhớt động học ở đây là giá trị được đo bằng nhớt kế Ubbelohde.

Ví dụ cụ thể về hợp chất clorosilan (5) bao gồm n-propyltrichlorosilan, n-hexyltrichlorosilan, xyclohexyltrichlorosilan, n-octyltrichlorosilan, n-nonyltrichlorosilan, và n-dexyltrichlorosilan.

Tỷ lệ trộn giữa dầu silicon được biến đổi OH ở cả hai đầu tận cùng (4) và hợp chất clorosilan (5) không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là từ 5 đến 30 mol, tốt hơn nữa là từ 5 đến 20 mol, tốt hơn nữa là từ 7 đến 15 mol, và tốt hơn nữa là từ 8 đến 12 mol hợp chất clorosilan (5) so với 1 mol của lượng mol nhóm OH trong dầu silicon được biến đổi OH ở cả hai đầu tận cùng (4), nhằm mang lại đặc tính trượt nước cho sản phẩm đóng rắn thu được. Nghĩa là, lượng hợp chất clorosilan (5) được thêm vào tốt hơn là từ 10 đến 60 mol, tốt hơn nữa là từ 10 đến 40 mol, tốt hơn nữa là từ 14 đến 30 mol, và tốt hơn nữa là từ 16 đến 24 mol, so với 1 mol dầu silicon được biến đổi OH ở cả hai đầu tận cùng (4).

Các ví dụ cụ thể về hợp chất clorosilan (7) bao gồm các hợp chất alkylidichlorosilan chứa liên kết không no như metylvinylidichlorosilan. Lượng hợp chất clorosilan (7) được thêm vào (được sử dụng) không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là từ 0,3 đến 10 mol, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 5 mol, tốt hơn nữa là từ 0,8 đến 3 mol, và tốt hơn nữa là từ 0,9 đến 1,5 mol, so với 1 mol hợp chất clorosilan (5).

Quá trình trùng hợp phân giải amoniac diễn ra ngay cả khi không có dung môi, nhưng tốt hơn nên sử dụng dung môi vì amoni clorua được tạo ra dưới dạng sản phẩm phụ khiến quá trình phản ứng diễn ra và việc khuấy trở nên khó khăn. Ví dụ về dung

môi bao gồm: dung môi hydrocacbon như pentan, hexan, xyclohexan, isooctan, benzen, toluen và xylen; và các dung môi ete như dietyl ete, tetrahydrofuran, 4-metyltetrahydropyran, xyclopentyl metyl ete, dioxan và dipropylen glycol dimetyl ete. Các dung môi này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc có thể trộn hai hoặc nhiều dung môi để sử dụng. Nếu bất kỳ dung môi nào còn sót lại sau khi tổng hợp thành phần (A), thì dung môi đó phải được xử lý như thành phần (D), được mô tả sau đây.

Thời gian phản ứng trùng hợp phân giải amoniac cũng có thể được rút ngắn bằng cách thêm chất xúc tác. Ví dụ cụ thể về chất xúc tác bao gồm các axit Bronsted như axit metansulfonic, axit benzensulfonic, axit dodexylbensensulfonic, axit triflometansulfonic, axit axetic, axit propionic, axit benzoic và axit trifloaxetic. Lượng chất xúc tác được thêm vào không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là từ 0,001 đến 0,1 mol, và tốt hơn nữa là từ 0,005 đến 0,1 mol, so với 1 mol hợp chất clorosilan (5) từ góc độ về tác dụng của việc thêm chất xúc tác hoặc ức chế các phản ứng phụ.

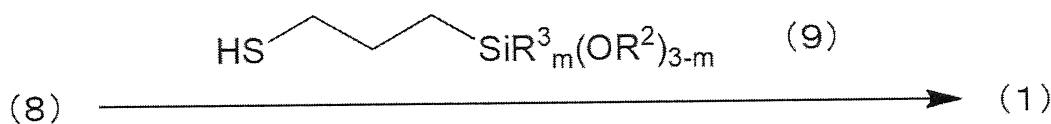
Nhiệt độ phản ứng không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là từ -85 đến 100 °C, tốt hơn nữa là từ -78 đến 50 °C, và tốt hơn nữa là từ -10 đến 20 °C, từ góc độ về sự thăng hoa của amoni clorua hoặc tốc độ phản ứng. Thời gian phản ứng tốt hơn là từ 30 phút đến 24 giờ, và tốt hơn nữa là từ 3 giờ đến 15 giờ từ góc độ về tốc độ phản ứng hoặc ức chế các phản ứng phụ. Môi trường phản ứng không bị giới hạn cụ thể và môi trường khí trơ như nitơ và argon được ưu tiên hơn để tránh sự thủy phân nguyên liệu.

Hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (8) có thể được thu hồi từ chất lỏng phản ứng sau khi phản ứng kết thúc bằng cách loại bỏ amoni clorua được tạo ra

dưới dạng sản phẩm phụ và loại bỏ dung môi nếu cần. Phương pháp loại bỏ amoni clorua tốt hơn là phương pháp lọc.

Sau đó, hợp chất polysiloxazan (1) được tạo ra từ hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (8) thu được như nêu trên. Đối với phương pháp sản xuất, có một phương pháp trong đó hợp chất silan chứa nhóm mercapto được biểu thị bằng công thức (9) dưới đây (sau đây gọi là "hợp chất silan chứa nhóm mercapto (9)") được đưa vào phản ứng cộng với sự có mặt của chất tạo gốc tự do.

Phương pháp được mô tả là phương pháp sản xuất hợp chất polysiloxazan (1) bằng cách đưa nhóm alkoxysilyl vào hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (8) bằng phản ứng cộng hợp chất silan chứa nhóm mercapto (9) với sự có mặt của chất tạo gốc tự do.



(Trong công thức phản ứng, R^2 , R^3 và m lần lượt giống với R^2 , R^3 và m trong công thức (1)).

Các ví dụ cụ thể về hợp chất silan chứa nhóm mercapto (9) bao gồm: các hợp chất mercaptoalkyltrialkoxysilan như mercaptopropyltrimetoxysilan; và các hợp chất mercaptoalkylalkyldialkoxysilan như mercaptopropylmetyldimetoxysilan.

Như đã đề cập ở trên, chất tạo gốc tự do được sử dụng trong phản ứng cộng giữa hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (8) và hợp chất silan chứa nhóm mercapto (9). Các ví dụ cụ thể của chất tạo gốc tự do này bao gồm: peroxit hữu cơ như tert-butyl

hydroperoxit, di-tert-butyl peroxit và benzoyl peroxit; và các hợp chất azo như azobisisobutyronitril và 2,2' -azobis(2-metylbutyronitril), và tốt hơn là các hợp chất azo. Lượng chất tạo gốc tự do được sử dụng không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là từ 0,00001 đến 0,2 mol, tốt hơn nữa là 0,0001 đến 0,1 mol, và tốt hơn nữa là từ 0,001 đến 0,01 mol, so với 1 mol các liên kết không no chứa trong hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (8) từ góc độ về hiệu suất.

Tỷ lệ pha trộn giữa hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (8) và hợp chất silan chứa nhóm mercapto (9) không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là từ 0,1 đến 1,5 mol, tốt hơn nữa là từ 0,15 đến 1,2 mol, tốt hơn nữa là từ 0,2 đến 1,0 mol, và tốt hơn nữa là từ 0,3 đến 0,9 mol hợp chất silan chứa nhóm mercapto (9) so với 1 mol liên kết không no có trong hợp chất polysiloxazan hữu cơ chứa liên kết không no (8) từ góc độ về lợi ích của sản phẩm và khả năng phản ứng.

Nhiệt độ phản ứng của phản ứng cộng không bị giới hạn cụ thể và tốt hơn là từ 0 đến 200°C, và tốt hơn nữa là từ 20 đến 150°C để tránh các phản ứng phụ không mong muốn. Thời gian phản ứng cũng không bị giới hạn cụ thể, tốt hơn là từ 1 đến 40 giờ và tốt hơn nữa là từ 1 đến 20 giờ để tránh các phản ứng phụ không mong muốn. Tốt hơn là, phản ứng cộng được thực hiện trong môi trường khí trơ như nitơ và argon để ngăn chặn sự thủy phân của hợp chất silan chứa nhóm mercapto (9).

Mặc dù phản ứng cộng tiến hành không cần dung môi nhưng vẫn có thể sử dụng dung môi. Ví dụ cụ thể về dung môi bao gồm: dung môi hydrocacbon béo có từ 5 đến 20 nguyên tử cacbon như pentan, hexan, xyclohexan, heptan, octan, nonan, decan, isooctan, và isododecan; dung môi hydrocacbon thơm có từ 6 đến 10 nguyên tử cacbon

như benzen, toluen, xylen; các dung môi ete như dietyl ete, tetrahydrofuran, dioxan và dipropylen glycol dimetyl ete; dung môi este như etyl axetat và butyl axetat; các dung môi phân cực không proton như axetonitril, N,N-dimetylformamit và N-metylpyrrolidon; và các dung môi trên cơ sở silicon như hexametyldisiloxan, octametyltrisiloxan, decametyltetrasiloxan, tris(trimetylsiloxy)metylsilan, octametylxcyclotetrasiloxan và decametylxcyclopentasiloxan. Các dung môi này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc có thể trộn hai hoặc nhiều dung môi để sử dụng. Đặc biệt, khi sử dụng hợp chất azo làm chất xúc tác thì toluen và xylen được ưu tiên do khả năng hòa tan chất xúc tác.

Như đã đề cập trên đây, khía cạnh khác của sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất chế phẩm đóng rắn được, phương pháp này bao gồm các bước: bổ sung dầu silicon được biến đổi OH ở cả hai đầu tận cùng được biểu thị bằng công thức (4) và hợp chất clorosilan được biểu thị bằng công thức (5) ở tỷ lệ mol (dầu silicon được biến đổi OH ở cả hai đầu tận cùng (4): hợp chất clorosilan (5)) từ 1: 10 đến 60; bổ sung thêm hợp chất clorosilan có công thức (7) với lượng 0,3 đến 10 mol so với 1 mol hợp chất clorosilan (5) và đưa amoniac vào để thực hiện phản ứng trùng hợp phân giải amoniac để thu được hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no được biểu thị bằng công thức (8); và bổ sung hợp chất silan chứa nhóm mercapto có công thức (9) với lượng từ 0,1 đến 1,5 mol so với 1 mol hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (8) để phản ứng với hợp chất polysiloxazan chứa liên kết không no (8) với sự có mặt của chất tạo gốc tự do, nhằm điều chế hợp chất polysiloxazan (thành phần (A)) có trọng lượng phân tử trung bình khối từ 3000 đến 10000 và trọng lượng phân tử trung bình số từ 2000 đến 8000; và bổ

sung hợp chất silicon (thành phần (B)) có nhóm silyl thủy phân được hoặc nhóm hydroxy.

Đối với điều kiện ưu tiên của phương pháp sản xuất nêu trên, tham khảo phần mô tả trên trong mục <Thành phần (A)>. Tương tự, đối với phương án ưu tiên của thành phần (B) và thành phần tương tự, tham khảo phần mô tả sau đây trong mục <Thành phần (B)>.

<Thành phần (B)>

Thành phần (B) chứa trong chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế là hợp chất silicon có nhóm silyl thủy phân được hoặc nhóm hydroxy (-OH). Thành phần (B) theo sáng chế kết hợp với thành phần (A) có thể tạo ra chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ có khả năng chống bám nước và đặc tính trượt tốt và có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

Ở đây, "nhóm silyl thủy phân được" dùng để chỉ nhóm trong đó từ một đến ba nhóm thủy phân được được liên kết với một nguyên tử silic. Các ví dụ được ưu tiên hơn về nhóm thủy phân được bao gồm nguyên tử halogen (nguyên tử flo, nguyên tử clo, nguyên tử brom, và nguyên tử iot), nhóm alkoxy, nhóm axylxit, nhóm ketoxymat, và nhóm alkenylxit. Từ góc độ về khả năng tương thích tốt với thành phần (A) và độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu, nhóm thủy phân được được ưu tiên là nhóm alkoxy. Sau đây, nhóm silyl thủy phân được có nhóm alkoxy cũng sẽ được gọi là "nhóm alkoxysilyl". Nghĩa là, tốt hơn là thành phần (B) có nhóm alkoxysilyl là nhóm silyl thủy phân được.

Ví dụ về nhóm alkoxysilyl chứa trong thành phần (B) bao gồm nhóm monoalkoxysilyl, nhóm dialkoxysilyl, và nhóm trialkoxysilyl. Nhóm alkoxysilyl tốt hơn là nhóm dialkoxysilyl và nhóm trialkoxysilyl, và tốt hơn nữa là nhóm trialkoxysilyl xét về mặt tạo độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

Tốt hơn là, nhóm alkoxy chứa trong nhóm alkoxysilyl là nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon. Nhóm alkoxy có thể là nhóm bất kỳ trong số nhóm mạch thẳng hoặc nhóm mạch nhánh, và tốt hơn là nhóm alkoxy mạch thẳng có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkoxy mạch nhánh có từ 3 đến 20 nguyên tử cacbon. Ví dụ về chúng bao gồm nhóm metoxy, nhóm etoxy, nhóm propoxy, nhóm isopropoxy, nhóm butoxy, nhóm pentyloxy, nhóm hexyloxy, nhóm heptyloxy, nhóm octyloxy, nhóm nonyloxy, nhóm dextyloxy, nhóm undexyloxy, nhóm dodexyloxy, nhóm tridexyloxy, nhóm tetradexyloxy, nhóm pentadexyloxy, nhóm hexadexyloxy, nhóm heptadexyloxy, nhóm octadexyloxy, nhóm 2-ethylhexyloxy, và nhóm 3-ethylpentyloxy. Trong số đó, tốt hơn là nhóm alkoxy mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkoxy mạch nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkoxy mạch thẳng có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon.

Theo đó, ví dụ về các nhóm monoalkoxysilyl ưu tiên bao gồm nhóm dimethylmetoxysilyl, nhóm dimethyletoxysilyl, và nhóm dimethylpropoxysilyl. Các ví dụ về các nhóm dialkoxysilyl ưu tiên bao gồm nhóm metyldimethoxysilyl, nhóm metyldietoxysilyl, và nhóm metyldipropoxysilyl. Các ví dụ về các nhóm trialkoxysilyl ưu tiên bao gồm nhóm trimetoxysilyl, nhóm trietoxysilyl, và nhóm tripropoxysilyl. Trong số đó, tốt hơn là nhóm alkoxysilyl có nhóm metoxy, và tốt hơn nữa là nhóm

trimetoxysilyl từ góc độ về khả năng phản ứng cao và khả năng dễ dàng tạo thành lớp phủ.

Nhóm hydroxy (-OH) có trong thành phần (B) có thể liên kết trực tiếp với nguyên tử silic hoặc liên kết với nguyên tử silic thông qua một nhóm hữu cơ. Nghĩa là, nhóm hydroxy chứa trong thành phần (B) có thể được chứa ở dạng nhóm silanol hoặc có thể được chứa ở dạng nhóm carbinol. "Nhóm carbinol" ở đây có nghĩa là nhóm có nhóm hydroxy được liên kết với nhóm hữu cơ.

Hợp chất silicon là thành phần (B) có thể là bất kỳ loại nào miễn là nó có bất kỳ một trong số nhóm silyl thủy phân được hoặc nhóm hydroxy và có thể chứa cả hai nhóm này. Vị trí của nhóm silyl thủy phân được hoặc nhóm hydroxy trong mạch phân tử của thành phần (B) không bị giới hạn cụ thể ở đầu tận cùng, mạch bên, và tương tự, nhưng tốt hơn là đầu tận cùng. Thành phần (B) tốt hơn là hợp chất silicon có nhóm silyl thủy phân được hoặc nhóm hydroxy ở một đầu hoặc cả hai đầu tận cùng, và tốt nhất là hợp chất silicon có nhóm silyl thủy phân được hoặc nhóm hydroxy ở cả hai đầu tận cùng.

Từ góc độ về khả năng tạo ra chế phẩm đóng rắn được có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu, tốt hơn là thành phần (B) là hợp chất silicon có nhóm hydroxy. Nghĩa là, thành phần (B) tốt hơn là hợp chất silicon có nhóm silanol và/hoặc nhóm carbinol từ góc độ về độ ổn định của lớp phủ trong quá trình gia công ban đầu. Từ góc độ tương tự, thành phần (B) tốt hơn là hợp chất silicon có nhóm silanol và/hoặc nhóm carbinol được biểu thị bằng công thức (11) hoặc công thức (12), được mô tả chi tiết sau đây. Nhóm carbinol tốt hơn là có mặt ở một đầu hoặc cả hai đầu tận cùng của hợp chất silicon, và tốt nhất là có mặt ở cả hai đầu tận cùng.

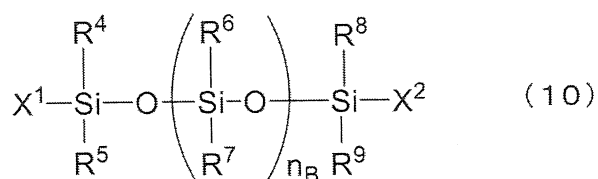
Để có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu, thành phần (B) tốt hơn là hợp chất silicon có (các) nhóm carbinol được biểu thị bằng công thức (11) ở một đầu hoặc cả hai đầu tận cùng. Nhằm cải thiện khả năng chống bám nước và đặc tính trượt, thành phần (B) tốt hơn là hợp chất silicon có (các) nhóm carbinol được biểu thị bằng công thức (12) ở một đầu hoặc cả hai đầu tận cùng. Cụ thể, nhóm carbinol được biểu thị bằng công thức (12) có trong thành phần (B) tốt hơn là nên có mặt ở cả hai đầu bởi vì đặc tính trượt có thể được cải thiện.

Như đã lưu ý ở trên, nhằm cải thiện độ ổn định của lớp phủ trong quá trình gia công ban đầu, nhóm silyl thủy phân được chứa trong hợp chất silicon làm thành phần (B) tốt hơn là nhóm dialkoxysilyl và nhóm trialkoxysilyl. Do đó, với mục đích đạt được độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu, thành phần (B) trong sáng chế tốt hơn là hợp chất silicon chứa, ở đầu tận cùng, một hoặc nhiều nhóm chức được chọn từ nhóm bao gồm nhóm dialkoxysilyl, nhóm trialkoxysilyl, nhóm silanol và nhóm carbinol.

Thành phần (B) có độ nhớt động học ở 25°C tốt hơn là từ 1 đến 500 mm²/giây, tốt hơn nữa là từ 5 đến 400 mm²/giây, tốt hơn nữa là từ 10 đến 200 mm²/giây, tốt hơn nữa là từ 10 đến 60mm²/giây, và tốt nhất là từ 30 đến 45 mm²/giây. Độ nhớt động học của thành phần (B) trong phạm vi trên có thể tạo ra chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ có khả năng chống bám nước và đặc tính trượt tốt và có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

Thành phần (B) không bị giới hạn cụ thể miễn là nó là hợp chất silicon có nhóm silyl thủy phân được hoặc nhóm hydroxy cùng với mạch khung silicon. Ví dụ về thành

phần (B) như vậy bao gồm hợp chất silicon mạch thẳng được biểu thị bằng công thức (10) và hợp chất silicon (oligome silicon) có cấu trúc (cấu trúc mạch nhánh hoặc cấu trúc dạng lưới) trong đó các nguyên tử silic được liên kết hai chiều hoặc ba chiều thông qua các nguyên tử oxy. "Oligome silicon" ở đây dùng để chỉ hợp chất silicon thu được bằng cách ngưng tụ khử rượu (ở đây được gọi là "ngưng tụ thủy phân một phần") bằng cách thủy phân một phần hợp chất ba nhóm chức alkoxysilyl và hợp chất tương tự bằng axit, bazơ hoặc chất xúc tác đã biết chẳng hạn như hợp chất thiếc hữu cơ và hợp chất titan hữu cơ. "Hợp chất silicon" và "oligome silicon" là các thuật ngữ được sử dụng phổ biến mà hầu như không có sự khác biệt, nhưng ở đây, hợp chất silicon có cấu trúc mạch nhánh và/hoặc cấu trúc dạng lưới có thể được gọi là "oligome silicon" để phân biệt với hợp chất silicon mạch thẳng được biểu thị bằng, ví dụ, công thức (10). Thuật ngữ "hợp chất silicon" ở đây được sử dụng không chỉ bao gồm hợp chất silicon mạch thẳng mà còn bao gồm oligome silicon. "Oligome" ở đây dùng để chỉ polyme có hai hoặc nhiều đơn vị monome lặp lại, và giới hạn trên của số lượng đơn vị monome tốt hơn là bằng 100 hoặc nhỏ hơn.



(Trong công thức (10), R⁴ đến R⁹, mỗi nhóm độc lập là nhóm alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm xycloalkyl có từ 3 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm aryl có từ 6 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có 1 đến 20 nguyên tử cacbon, hoặc nguyên tử halogen; X¹ và X² mỗi nhóm độc lập là nhóm alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon,

nhóm xycloalkyl có từ 3 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm aryl có từ 6 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydroxy, nhóm carbinol hoặc nguyên tử halogen và ít nhất một trong số X^1 và X^2 là nhóm alkoxy, nhóm hydroxy hoặc nhóm carbinol; và n_B là từ 5 đến 850.)

Trong công thức (10), R^4 đến R^9 có thể giống hoặc khác nhau. R^4 đến R^9 mỗi nhóm độc lập, tốt hơn là nhóm alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là nhóm alkyl có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkoxy có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkyl có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon.

Trong công thức (10), X^1 và X^2 có thể giống hoặc khác nhau. X^1 và X^2 mỗi nhóm độc lập tốt hơn là nhóm alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydroxy, hoặc nhóm carbinol. Trong trường hợp này, ít nhất một trong số X^1 và X^2 là nhóm alkoxy, nhóm hydroxy, hoặc nhóm carbinol, và tốt hơn nữa là nhóm alkoxy hoặc nhóm carbinol.

Cả X^1 và X^2 (cả hai đều tận cùng) mỗi nhóm độc lập tốt hơn nữa là nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, nhóm hydroxy, hoặc nhóm carbinol. Ngoài ra, nhằm cải thiện đặc tính trượt, X^1 và X^2 mỗi nhóm độc lập tốt hơn là nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon hoặc nhóm carbinol, và tốt hơn nữa là nhóm carbinol. X^1 và X^2 tốt nhất là giống nhau.

Trong công thức (10), n_B biểu thị số đơn vị lặp lại được biểu thị bằng công thức: $-\text{Si}(\text{R}^6)(\text{R}^7)-\text{O}-$, và tốt hơn là từ 10 đến 700.

Hợp chất silicon được biểu thị bởi công thức (10) có độ nhớt động học ở 25°C tốt hơn là từ 1 đến 500 mm²/giây, tốt hơn nữa là từ 5 đến 400 mm²/giây, tốt hơn nữa là từ 10 đến 200 mm²/giây, tốt hơn nữa là từ 10 đến 60 mm²/giây, và tốt nhất là từ 30 đến 45 mm²/giây.

Nhóm alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon trong công thức (10) có thể là nhóm bất kỳ trong số nhóm mạch thẳng hoặc nhóm mạch nhánh, và tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl mạch nhánh có từ 3 đến 20 nguyên tử cacbon. Các ví dụ cụ thể của chúng bao gồm nhóm methyl, nhóm ethyl, nhóm n-propyl, nhóm isopropyl, nhóm n-butyl, nhóm isobutyl, nhóm sec-butyl, nhóm tert-butyl, nhóm n-pentyl, nhóm isopentyl, nhóm tert-pentyl, nhóm neopentyl, nhóm 1,2-dimethylpropyl, nhóm n-hexyl, nhóm isohexyl, nhóm 1,3-dimethylbutyl, nhóm 1-isopropylpropyl, nhóm 1,2-dimethylbutyl, nhóm n-heptyl, nhóm 1,4-dimethylpentyl, nhóm 3-ethylpentyl, nhóm 2-methyl-1-isopropylpropyl, nhóm 1-ethyl-3-methylbutyl, nhóm n-octyl, nhóm 2-ethylhexyl, nhóm 3-methyl-1-isopropylbutyl, nhóm 2-methyl-1-isopropyl, nhóm 1-tert-butyl-2-methylpropyl, nhóm n-nonyl, nhóm 3,5,5-trimethylhexyl, nhóm n-dexyl, nhóm isodexyl, nhóm n-undexyl, nhóm 1-metyldexyl, nhóm n-dodexyl, nhóm n-tridexyl, nhóm n-tetradexyl, nhóm n-pentadexyl, nhóm n-hexadexyl, nhóm n-heptadexyl, nhóm n-octadexyl, nhóm nonadexyl, và nhóm icosyl. Trong số đó, nhóm alkyl là R⁴ đến R⁹, mỗi nhóm độc lập tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl mạch nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon. Nhóm alkyl là X¹ và X², mỗi nhóm độc lập tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử

cacbon hoặc nhóm alkyl mạch nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon.

Ví dụ về nhóm xycloalkyl có từ 3 đến 20 nguyên tử cacbon trong công thức (10) bao gồm nhóm xyclopropyl, nhóm xyclobutyl, nhóm xyclopentyl, và nhóm xyclohexyl.

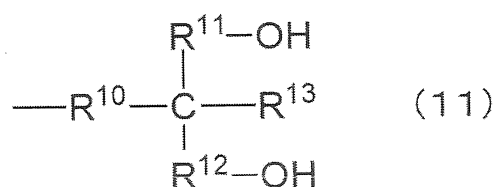
Ví dụ về nhóm aryl có từ 6 đến 20 nguyên tử cacbon trong công thức (10) bao gồm nhóm phenyl, nhóm naphtyl, nhóm biphenyl, nhóm florenyl, nhóm antryl, nhóm pyrenyl, nhóm azulenyl, nhóm axenaphtylenyl, và nhóm terphenyl.

Các ví dụ cụ thể về nhóm alkoxy có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon trong công thức (10) bao gồm các nhóm tương tự như các ví dụ cụ thể về nhóm alkoxy có trong nhóm alkoxy silyl nêu trên. Trong số đó, nhóm alkoxy là X^1 và X^2 , mỗi nhóm độc lập tốt hơn là nhóm alkoxy mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkoxy mạch nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkoxy mạch thẳng có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon. Nhóm alkoxy là R^4 đến R^9 , mỗi nhóm độc lập tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkoxy mạch nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkoxy mạch thẳng có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon.

Ví dụ về nguyên tử halogen trong công thức (10) bao gồm nguyên tử flo, nguyên tử clo, nguyên tử brom và nguyên tử iot.

Ví dụ về nhóm carbinol trong công thức (10) bao gồm nhóm hữu cơ được biểu thị là $-CH_2-OH$ hoặc nhóm hữu cơ có cấu trúc $-CH_2-OH$ trong phần cấu trúc của chúng. Ví dụ về nhóm hữu cơ có cấu trúc $-CH_2-OH$ trong phần cấu trúc của chúng bao gồm các

nhóm hữu cơ được biểu thị bằng công thức (11) và công thức (12) sau đây. Do vậy, phương án được ưu tiên hơn là phương án trong đó ít nhất một trong số X^1 và X^2 trong công thức (10) là nhóm carbinol được biểu thị bằng công thức (11) hoặc công thức (12) sau đây. Hợp chất silicon được biểu thị bằng công thức (10) có thể có các nhóm thế đơn, hoặc có thể có nhiều nhóm thế.



(Trong công thức (11), R^{10} , R^{11} , và R^{12} , mỗi nhóm độc lập là nhóm alkylen có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon hoặc nhóm oxyalkylen có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon; và R^{13} là nhóm alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon.)

R^{10} , R^{11} , and R^{12} có thể giống hoặc khác nhau. Nhóm alkylen có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon là R^{10} , R^{11} , và R^{12} có thể là nhóm bất kỳ trong số nhóm mạch thẳng hoặc nhóm mạch nhánh, và tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkylen mạch nhánh có từ 3 đến 20 nguyên tử cacbon. Các ví dụ cụ thể của chúng bao gồm nhóm metylen, nhóm etylen, nhóm trimetylen, nhóm tetrametylen, nhóm propylen, nhóm etylen, nhóm pentametylen, nhóm hexametylen, nhóm heptametylen, và nhóm octametylen. Trong số đó, tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkylen mạch nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkylen mạch thẳng có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon.

Nhóm oxyalkylen có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon có thể là nhóm bất kỳ trong số nhóm mạch thẳng hoặc nhóm mạch nhánh, và tốt hơn là nhóm oxyalkylen mạch thẳng có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon hoặc nhóm oxyalkylen mạch nhánh có từ 3 đến 20 nguyên tử cacbon. Các ví dụ cụ thể của chúng bao gồm nhóm oxymetylen ($-\text{OCH}_2-$), nhóm oxyetylen ($-\text{OCH}_2\text{CH}_2-$), nhóm oxypropylen ($-\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2-$), nhóm oxytrimetylen ($-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$), và nhóm oxybutylen ($-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-$). Trong số đó, tốt hơn là nhóm oxyalkylen mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm oxyalkylen mạch nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm oxyalkylen mạch thẳng có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon.

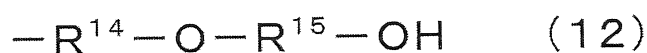
Nhóm "oxyalkylen" nêu trên bao gồm, ngoài nhóm thế hóa trị hai có cấu trúc nêu trên ($-\text{O}-(\text{đơn vị alkylen C1 đến C20})-$), nhóm alkylenoxyalkylen được biểu thị bằng công thức: $-(\text{đơn vị alkylen C1 đến C10 (1)})-\text{O}-(\text{đơn vị alkylen C1 đến C10 (2)})-$ (tức là nhóm alkylenoxyalkylen có từ 2 đến 20 nguyên tử cacbon). Ở đây, "đơn vị alkylen C1 đến C10 (1)" được liên kết với nguyên tử silic trong công thức (10) hoặc nhóm hydroxy trong công thức (11), và "đơn vị alkylen C1 đến C10 (2)" được liên kết với nguyên tử cacbon trong công thức (11). Số lượng nguyên tử cacbon chứa trong các đơn vị alkylen (1) và (2) có thể giống hoặc khác nhau và tốt hơn là khác nhau.

Các ví dụ cụ thể về các đơn vị alkylen (1) và (2) bao gồm các nhóm tương tự như các ví dụ cụ thể có 10 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn trong số các ví dụ cụ thể về nhóm alkylen có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon là R^{10} và tương tự. Trong số đó, tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkylen mạch

nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, và các đơn vị alkylen (1) và (2) tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Các ví dụ cụ thể về nhóm alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon là R^{13} bao gồm các nhóm tương tự như các ví dụ cụ thể về nhóm alkyl có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon trong công thức (10) và tương tự. Trong số đó, tốt hơn là nhóm alkyl mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl mạch nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon.

Trong số các cấu trúc trên, R^{10} tốt hơn là nhóm alkylenoxyalkylen có từ 2 đến 20 nguyên tử cacbon, R^{11} và R^{12} mỗi nhóm độc lập tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkylen mạch nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, và tốt hơn là R^{13} là nhóm alkyl mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkyl mạch nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon. Hơn nữa, R^{10} tốt hơn là nhóm alkylenoxyalkylen được biểu thị bằng công thức: $-(\text{nhóm alkylen mạch thẳng có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon})-\text{O}-(\text{nhóm alkylen mạch thẳng có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon})-$, R^{11} và R^{12} mỗi nhóm độc lập tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon, và R^{13} tốt hơn nữa là nhóm alkyl mạch thẳng có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon.



(Trong công thức (12), R^{14} và R^{15} mỗi nhóm độc lập là nhóm alkylen có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon.)

R^{14} và R^{15} có thể giống hoặc khác nhau. Các ví dụ cụ thể về nhóm alkylen có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon là R^{14} và R^{15} bao gồm các nhóm tương tự như các ví dụ cụ

thể về nhóm alkylen có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon trong công thức (11). Trong số đó, tốt hơn là nhóm alkylen mạch thẳng có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon hoặc nhóm alkylen mạch nhánh có từ 3 đến 5 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là nhóm alkylen mạch thẳng có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon.

Để có độ ổn định tốt của lớp phủ trong quá trình gia công ban đầu, ít nhất một trong số X^1 và X^2 trong công thức (10) tốt hơn là nhóm carbinol được biểu thị bằng công thức (11). Nhằm cải thiện khả năng chống bám nước và đặc tính trượt, ít nhất một trong số X^1 và X^2 trong công thức (10) tốt hơn là nhóm carbinol được biểu thị bằng công thức (12). Cụ thể là, vì đặc tính trượt có thể được cải thiện nên tốt hơn là trong công thức (10), cả X^1 và X^2 đều là nhóm carbinol được biểu thị bằng công thức (12).

R^{10} trong công thức (11) và R^{14} trong công thức (12) đều được liên kết với các nguyên tử silic trong công thức (10).

Các sản phẩm thương mại của thành phần (B) trong sáng chế không bị giới hạn. Ví dụ về hợp chất silicon có nhóm alkoxy được biểu thị bằng công thức (10) bao gồm X-40-2090 (được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), và các ví dụ về oligome silicon có nhóm alkoxy bao gồm KR-500 (được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.). Ví dụ về hợp chất silicon có nhóm hydroxy bao gồm KF-9701 (do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất) và XC-96-C7123 (do Momentive Performance Materials Japan LLC sản xuất). Ví dụ về hợp chất silicon có nhóm carbinol bao gồm X-22-160AS, X-22-170BX và X-22-176DX (do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất). Chúng có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc có thể được sử dụng kết hợp nhiều loại với nhau. Khi sử

dùng kết hợp hai hoặc nhiều thành phần đó thì hàm lượng của thành phần (B) được tính là hàm lượng tổng.

Hàm lượng của thành phần (B) (khi sử dụng hai hoặc nhiều loại thành phần (B), hàm lượng tổng của chúng) trong chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 500 phần khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 400 phần khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 300 phần khối lượng, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 30 đến 80 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của thành phần (A). Hàm lượng của thành phần (B) trong phạm vi trên có thể tạo ra chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ có khả năng chống bám nước và đặc tính trượt tốt và có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

<Thành phần (C)>

Chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế tốt hơn là còn bao gồm chất xúc tác là thành phần (C). Chế phẩm đóng rắn được chứa thành phần (C) cho phép hơi ẩm trong không khí và các chất tương tự phản ứng với nhóm chức thủy phân được chứa trong thành phần (A) hoặc thành phần (B) để thúc đẩy phản ứng ngưng tụ. Do đó, chế phẩm đóng rắn được chứa thêm thành phần (C) có thể thúc đẩy sự tạo thành lớp phủ được đóng rắn.

Các ví dụ về thành phần (C) bao gồm hợp chất thiếc hữu cơ, hợp chất titan hữu cơ, hợp chất nhôm hữu cơ, hợp chất kẽm hữu cơ, hợp chất ziricon hữu cơ, hợp chất axit vô cơ, hợp chất axit hữu cơ, hợp chất bazơ vô cơ và hợp chất bazơ hữu cơ. Nghĩa là, thành phần (C) tốt hơn là chứa một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm

hợp chất thiếc hữu cơ, hợp chất titan hữu cơ, hợp chất nhôm hữu cơ, hợp chất muối nhôm, hợp chất kẽm hữu cơ, hợp chất zircon hữu cơ, hợp chất axit vô cơ, hợp chất axit hữu cơ, hợp chất bazơ vô cơ và hợp chất bazơ hữu cơ. Trong số đó, căn cứ vào khả năng tương thích tốt với thành phần (A) và thành phần (B) theo sáng chế và khả năng tạo ra chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ có đặc tính trượt và chống bám nước tốt cũng như có độ ổn định của lớp phủ tuyệt vời trong quá trình gia công ban đầu, hợp chất titan hữu cơ, hợp chất nhôm hữu cơ, hợp chất axit vô cơ, và hợp chất bazơ hữu cơ được ưu tiên hơn, tốt hơn là hợp chất titan hữu cơ và hợp chất nhôm hữu cơ, và tốt nhất là hợp chất titan hữu cơ. Chúng có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc có thể được sử dụng kết hợp nhiều loại với nhau.

Ví dụ về hợp chất thiếc hữu cơ bao gồm dibutyltin dilaurat, dibutyltin dioctat, dibutyltin diacetat, dioctyltin dilaurat, dioctyltin dioctat, dioctyltin diacetat, dibutyltin bisaxetylacetat, và dioctyltin bisaxetyllaurat. Ví dụ về hợp chất titan hữu cơ bao gồm: hợp chất chelat titan như titan axetylaxetonato, titan-1,3-propandioxybis(etylaxetoacetat), và titan etylacetat; và các hợp chất titan alkoxit như tertiaryamyl titanat, tetratertiarybutyl titanat, titan-1,3-propandioxybis(etylaxetoacetat), tetrastearyl titanat, tetraoctyl titanat, tetranormalbutyl titanat và tetraisopropyl titanat. Ví dụ về hợp chất nhôm hữu cơ bao gồm: các hợp chất chelat nhôm như nhôm metoxy bis(etylaxetoacetat), nhôm metoxy bis(axetylaxetonat), nhôm etoxy bis(etylaxetoacetat), nhôm etoxy bis(axetylaxetonat), nhôm isopropoxy bis(etylaxetoacetat), nhôm isopropoxy bis (metylaxetoacetat), nhôm isopropoxy bis(t-butylaxetoacetat), nhôm butoxy bis(etylaxetoacetat), nhôm dimetoxy (etylaxetoacetat),

nhôm dimetoxi (axetylaxetonat), nhôm dietoxi (etylaxetoaxetat), nhôm dietoxi (axetylaxetonat), nhôm diisopropoxi (etylaxetoaxetat), nhôm diisopropoxi (metylaxetoaxetat), nhôm tris(etylaxetoaxetat) và nhôm tris(axetylaxetonat); và các hợp chất alkoxit nhôm như nhôm trimetoxit, nhôm trietoxit, nhôm triallyloxit và nhôm triphenoxit. Ví dụ về hợp chất muối nhôm bao gồm nhôm hydroxit và hợp chất aluminosiloxi (aluminosilicat). Ví dụ về hợp chất kẽm hữu cơ bao gồm kẽm octylat, kẽm 2-ethylhexanoat, kẽm triaxetylaxetat, kẽm 2-ethylhexoat, kẽm naphthenat, và kẽm stearat. Ví dụ về hợp chất ziricon hữu cơ bao gồm ziricon tetraaxetylaxetonat, ziricon tributoxy axetylaxetonat, ziricon dibutoxy diaxetylaxetonat, ziricon tetranormalpropoxit, ziricon tetraisopropoxit, ziricon tetranormalbutoxit, ziricon axylat, ziricon tributoxy stearat, ziricon octoat, và ziricon (2-ethylhexoat).

Ví dụ về hợp chất axit vô cơ bao gồm axit clohydric, axit phosphoric, axit sulfuric và axit flohydric. Ví dụ về hợp chất axit hữu cơ bao gồm axit p-toluensulfonic, axit oxalic, axit xitric và axit axetic. Ví dụ về hợp chất bazơ vô cơ bao gồm amoniac, natri hydroxit và magie hydroxit. Ví dụ về hợp chất bazơ hữu cơ bao gồm trimetylamin, trietylamin, tributylamin, 1,5-diazabicyclo[4.3.0]nonen-5 (DBN), và 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undecen-7 (DBU).

Những chất xúc tác này có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc có thể được sử dụng kết hợp nhiều loại với nhau.

Ví dụ về các sản phẩm thương mại của hợp chất titan hữu cơ bao gồm ORGATIX(R) TA-8, TA-21, TA-23, TA-30, TC-100, TC-401 và TC-710 (do Matsumoto Fine Chemical Co., Ltd. sản xuất) và D-20, D-25, và DX-175 (do Shin-Etsu

Chemical Co., Ltd. sản xuất). Ví dụ về các sản phẩm thương mại của hợp chất nhôm hữu cơ bao gồm DX-9740 và CAT-AC (do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất). Ví dụ về hợp chất axit vô cơ bao gồm D-220 và X-40-2309A (do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất).

Hàm lượng thành phần (C) được thêm vào (hàm lượng: khi sử dụng hai hoặc nhiều loại thành phần (C), là hàm lượng tổng của chúng) trong chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ, tốt hơn là từ 0,01 đến 50 phần khối lượng, tốt hơn nữa là từ 0,03 đến 30 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là từ 1 đến 10 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của thành phần (A). Hàm lượng trong khoảng trên có thể mang lại cho chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ có khả năng chống bám nước và đặc tính trượt tốt hơn nữa và có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

<Thành phần (D)>

Chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế có thể còn bao gồm dung môi hữu cơ là thành phần (D). Dung môi hữu cơ nghĩa là vật liệu mà có thể hòa tan hoặc phân tán đồng đều thành phần (A) và thành phần (B) có trong chế phẩm đóng rắn được.

Thành phần (D) không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ về chúng bao gồm: dung môi hydrocacbon thơm như benzen, toluen, và xylen; dung môi hydrocacbon béo như dung môi parafin, dung môi isoparafin và dung môi xycloparafin; dung môi metanol, rượu có từ 2 nguyên tử cacbon trở lên như etanol, 1-propanol, 2-propanol, 1-butanol, 2-butanol, tert-butanol; dung môi keton như axeton và metyl etyl keton; các dung môi este axetat như metyl axetat, etyl axetat, propyl axetat, isopropyl axetat và butyl axetat; các dung

môi halogen hóa như diclometan, cloroform, tetracloetan và clobenzen; dung môi ete như etyl ete và THF; và xăng. Chúng có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc có thể được sử dụng kết hợp nhiều loại với nhau.

Ví dụ về dung môi parafin bao gồm n-hexan và n-heptan, ví dụ về dung môi isoparafin bao gồm isononan, isohexan, isooctan và isododecan, và ví dụ về dung môi xycloparafin bao gồm xyclohexan và metylxyclohexan.

Những dung môi hữu cơ này có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc có thể được sử dụng kết hợp nhiều loại với nhau.

Theo sáng chế, từ góc độ về khả năng tạo ra chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ có đặc tính trượt và chống bám nước tốt và có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu, dung môi hydrocacbon thơm, dung môi hydrocacbon béo, và dung môi tương tự được ưu tiên hơn, tốt hơn là dung môi hydrocacbon béo, và tốt hơn nữa là dung môi isoparafin.

Các sản phẩm thương mại của dung môi hữu cơ là thành phần (D) không bị giới hạn cụ thể và các ví dụ về chúng bao gồm Exxsol D30 và D40 (do Tonen General Sekiyu KK sản xuất), KYOWASOL(R) C-800, C-600M và C-900 (do KH Neochem Co., Ltd. sản xuất), Isoper E(R) (do MARUZEN CHEMICAL TRADING CO., LTD. sản xuất), Naphthesol(R) 160, 200 và 220 (JXTG Nippon Oil & Energy Corporation), và IP Solvent 1620 (do Idemitsu Kosan Co., Ltd. sản xuất).

Hàm lượng thành phần (D) được thêm vào (hàm lượng: khi sử dụng hai hoặc nhiều loại thành phần (D), là hàm lượng tổng của chúng) trong chế phẩm đóng rắn được

theo sáng chế tốt nhất là nằm trong khoảng từ 200 đến 15000 phần khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 500 đến 10000 phần khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 800 đến 9000 phần khối lượng, đặc biệt tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1200 đến 8500 phần khối lượng, và tốt nhất là 3000 đến 5000 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của thành phần (A). Hàm lượng nằm trong phạm vi trên cho phép chế phẩm đóng rắn được của sáng chế đảm bảo độ ổn định bảo quản và khả năng hoạt động tốt và có độ bay hơi phù hợp. Trong số đó, hàm lượng thành phần (D) được thêm vào nằm trong khoảng từ 1200 đến 8500 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của thành phần (A) mang lại khả năng gia công tốt trong quá trình tạo thành lớp phủ mà vẫn giữ được các đặc tính của lớp phủ.

<Thành phần tùy chọn>

Chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế có thể bao gồm thêm bất kỳ thành phần bổ sung nào mà nằm trong phạm vi không gây suy giảm các đặc tính. Ví dụ, các thành phần gồm chất chống lão hóa, chất chống gỉ, chất chống nấm, chất tạo màu, chất hoạt động bề mặt, chất điều chỉnh lưu biến, chất hấp thụ tia cực tím, chất huỳnh quang, chất đánh bóng, chất tạo mùi thơm, chất độn và thành phần tương tự có thể được lựa chọn.

<Phương pháp sản xuất chế phẩm đóng rắn được>

Chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế có thể được sản xuất bằng phương pháp thông thường đã biết. Ví dụ, hàm lượng định trước của thành phần (A), thành phần (B) và các thành phần tùy chọn khác có thể được cân và trộn bằng cách sử dụng phương tiện trộn như máy trộn để thu được chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế. Lúc này, điều kiện trộn không bị giới hạn cụ thể và nhiệt độ trộn tốt nhất là từ 10 đến 70°C, tốt hơn

nửa là 20 đến 50°C, và tốt hơn nữa là nhiệt độ bình thường (25°C), và thời gian trộn tốt nhất là từ 0,1 đến 5 giờ, tốt hơn là từ 30 phút đến 3 giờ, và đặc biệt tốt hơn là khoảng 60 phút.

[Phương pháp tạo lớp phủ và lớp phủ được đóng rắn]

Phương pháp tạo lớp phủ bằng chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ về phương pháp này bao gồm phương pháp sau. Đầu tiên, vật liệu dạng sợi như miếng vải, miếng bọt biển và giẻ được ngâm với lượng thích hợp của chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế, và nó được phủ và trải đều trên bề mặt nền bằng tay (bước phủ). Sau đó, thành phần (A) và thành phần (B) được phản ứng để tạo thành lớp phủ (lớp phủ được đóng rắn) của chế phẩm đóng rắn được (bước phản ứng). Lúc này, chế phẩm đóng rắn được còn chứa thành phần (C) thúc đẩy phản ứng nêu trên bởi thành phần (C) để tạo thành lớp phủ bằng chế phẩm đóng rắn được hiệu quả hơn.

Tức là, một khía cạnh khác của sáng chế đề xuất phương pháp tạo ra lớp phủ bao gồm bước phủ chế phẩm đóng rắn được nêu trên lên bề mặt nền, và đóng rắn chế phẩm đóng rắn được trên bề mặt nền.

Khi chế phẩm đóng rắn được chứa thêm thành phần (D), vật liệu dạng sợi được ngâm tẩm với lượng thích hợp của chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế, nó được phủ và trải đều trên bề mặt nền bằng tay, và sau đó thành phần (D) tốt hơn là bay hơi bằng cách làm khô tự nhiên, làm khô bằng máy sấy và các biện pháp tương tự (bước làm khô). Nghĩa là, phương pháp tạo lớp phủ theo một phương án khác của sáng chế tốt hơn là bao gồm thêm, sau khi phủ chế phẩm đóng rắn được chứa thành phần (D) lên bề mặt nền, làm khô dung môi hữu cơ là thành phần (D).

Sau bước phủ, có thể thực hiện bước hoàn thiện bằng cách lau bề mặt đã được phủ chế phẩm (lau sạch chế phẩm đóng rắn được còn dư) bằng một miếng vải khô, thảm sợi nhỏ khác hoặc tương tự (bước hoàn thiện). Nghĩa là, phương pháp tạo lớp phủ theo một phương án khác của sáng chế tốt hơn là bao gồm thêm, sau khi phủ chế phẩm đóng rắn được lên bề mặt nền, lau sạch bề mặt đã được phủ chế phẩm (lau sạch chế phẩm đóng rắn được còn dư).

Hơn nữa, theo một khía cạnh khác của sáng chế, sáng chế đề xuất lớp phủ được đóng rắn thu được bằng cách đóng rắn chế phẩm đóng rắn được nêu trên. Lớp phủ được đóng rắn được tạo thành bằng cách phủ chế phẩm đóng rắn được có đặc tính trượt và chống bám nước tuyệt vời cũng như độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

Độ dày của lớp phủ (lớp phủ được đóng rắn) bằng chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể và tốt hơn là từ 0,01 đến 500 μm , tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,1 đến 300 μm , và tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,5 đến 100 μm . Độ dày lớp phủ bằng chế phẩm đóng rắn được nằm trong phạm vi trên có thể đảm bảo được đặc tính trượt và chống bám nước tốt. Do đó, trong bước phủ của phương pháp tạo lớp phủ theo sáng chế, độ dày của lớp phủ tốt nhất là được điều chỉnh thích hợp sao cho độ dày của lớp phủ khi khô nằm trong phạm vi trên.

Ví dụ về nền bao gồm kim loại, thủy tinh, gốm, nhựa và sợi, và trong số chúng, tốt hơn là kim loại, thủy tinh, nhựa và tương tự. Các ví dụ cụ thể về kim loại bao gồm bộ phận kim loại hình thanh, hình cầu hoặc hình tấm. Cụ thể, kim loại có thể là tấm thép (tấm thép kim loại không được sơn) hoặc tấm thép ngoại thất (tấm thép được sơn). Chế

phẩm đóng rắn được theo sáng chế được sử dụng thích hợp để tạo lớp phủ trên bề mặt của nền được chọn từ nhóm bao gồm kim loại, thủy tinh, gốm, nhựa, sợi, tấm thép và tấm thép ngoại thất. Chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế tốt hơn là được sử dụng để tạo lớp phủ trên bề mặt của nền được chọn từ nhóm bao gồm nhựa, tấm thép và tấm thép ngoại thất.

Ví dụ về nhựa bao gồm nhựa (met)acryl, polycacbonat, polybutylen terephthalat, polyphenylen sulfua, polyetylen terephthalat, polyetylen naphtalat, nhựa acrylonitril-butadien-styren, nhựa styren-methacryl, polystyren, polyetylen, polypropylen, polyvinyl clorua, polyeste và polyuretan.

Trong số đó, chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế tốt hơn là từ góc độ về khả năng tạo thành lớp phủ được đóng rắn có độ bám dính tốt với tấm thép (tấm thép kim loại không sơn), tấm thép ngoại thất (tấm thép được sơn), nhựa (met)acryl, polycacbonat, polybutylen terephthalat, polyetylen terephthalat, polyphenylen sulfua, polyetylen, polypropylen và nhựa styren-metacryl. Thuật ngữ "(met)acryl" bao gồm cả acryl và metacryl.

[Sử dụng]

Ví dụ về công dụng chính của chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế bao gồm: chất phủ chống bám bẩn cho các đồ vật được đặt ở nơi ngoài trời trong thời gian dài như ô tô, xe máy, xe đạp, máy xây dựng, máy nông nghiệp, máy bay, phương tiện giao thông đường sắt, phương tiện giao thông đường thủy, mái và tường ngoài của tòa nhà, kính cửa sổ, dầm cầu, biển báo giao thông đường bộ, tín hiệu giao thông, biển hiệu, máy bán hàng tự động, tấm pin năng lượng mặt trời; và chất phủ chống gỉ cho bề ngoài của thiết

bị và bộ phận. Trong số đó, chế phẩm đóng rắn được sử dụng thích hợp làm chất phủ chống gỉ để sử dụng cho ô tô, xe máy, xe đạp, máy xây dựng, máy nông nghiệp, máy bay, phương tiện giao thông đường sắt và phương tiện giao thông đường thủy. Khi chất phủ chống gỉ sử dụng cho ô tô, chế phẩm đóng rắn được sử dụng làm chất phủ cho, ví dụ như xe, đèn pha, bánh xe nhôm, tấm và bộ phận bên trong.

[Vật phẩm]

Hơn nữa, theo một khía cạnh khác của sáng chế, vật phẩm mà trên đó lớp phủ được đóng rắn thu được bằng cách đóng rắn chế phẩm đóng rắn được cũng được đề xuất. Ví dụ về vật phẩm bao gồm ô tô, xe máy, xe đạp, phương tiện giao thông đường sắt, tấm pin năng lượng mặt trời, máy bán hàng tự động và tòa nhà. Nghĩa là, theo một khía cạnh khác của sáng chế, vật phẩm bao gồm lớp phủ được đóng rắn thu được bằng cách đóng rắn chế phẩm đóng rắn được nêu trên cũng được đề xuất và vật phẩm này được chọn từ nhóm bao gồm ô tô, xe máy, xe đạp, phương tiện giao thông đường sắt, tấm pin năng lượng mặt trời, máy bán hàng tự động và tòa nhà.

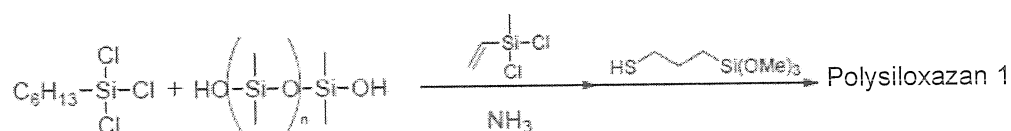
Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn với các ví dụ, nhưng sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ này. Trừ khi có mô tả khác, các hoạt động, thử nghiệm và những hoạt động tương tự được thực hiện trong môi trường ở 25°C và 55% RH. Nồng độ và % lần lượt đề cập đến nồng độ khối lượng và % theo khối lượng, trừ khi có đề cập khác, và tỷ lệ là tỷ lệ khối lượng trừ khi có đề cập khác.

<Điều chế chế phẩm đóng rắn được>

Mỗi thành phần được cân định lượng sao cho như chế phẩm trong Bảng 1 (đơn vị: phần khối lượng) và trộn ở nhiệt độ bình thường trong 60 phút bằng máy trộn để thu được chế phẩm đông rắn được. Hàm lượng cụ thể được thêm vào (hàm lượng) phù hợp theo Bảng 1 và tất cả các giá trị trong Bảng 1 được mô tả theo phần khối lượng. Khoảng trống thể hiện thành phần tương ứng chưa được thêm vào.

-Tổng hợp Polysiloxazan 1



(Trong công thức, Me là nhóm metyl và n là 40. Điều tương tự cũng được áp dụng sau đây.)

Bên trong bình thủy tinh bốn cổ được trang bị thanh khuấy, ống cấp khí, nhiệt kế và bộ làm mát hồi lưu được thay thế bằng khí nitơ. Khi khí nitơ đi qua đầu hở của phần trên của bộ làm mát hồi lưu để ngăn không khí bên ngoài vào, 65,9g (0,300 mol) n-hexyltrichlorosilan (hợp chất clorosilan (5) nêu trên), 45,0g (0,015 mol) của hợp chất silicon được biến đổi silanol ở cả hai đầu tận cùng (đầu silicon được biến đổi OH ở cả hai đầu tận cùng (4)) có độ nhớt động học ở 25°C là 60 mm²/giây và 295,6 g xyclopentyl metyl ete (sau đây gọi là gọi là "CPME") làm dung môi được thêm vào, và hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ phòng trong 1 giờ. Trong hỗn hợp này, 42,3g (0,300 mol) metylvinylidiclorosilan (hợp chất clorosilan (7) nêu trên) và 76,8g CPME đã được thêm vào và khuấy để thu được chất lỏng phản ứng đồng nhất. Chất lỏng phản ứng được làm lạnh đến 10°C hoặc thấp hơn và khí amoniac được đưa qua ống cấp liệu vào chất lỏng phản ứng. Khi làm mát chất lỏng phản ứng sao cho nhiệt độ của nó không vượt quá

30°C, thì amoniac được cung cấp liên tục trong 6 giờ. Lọc chất lỏng phản ứng thu được và rửa phần cặn bằng CPME. Dịch lọc được cô đặc và 110,9 g toluen được thêm vào 110,9g sản phẩm ngưng tụ thu được để thu được 221,8g dung dịch trong suốt không màu.

Sau đó, bên trong bình thủy tinh bốn cổ được trang bị thanh khuấy, nhiệt kế, bộ làm lạnh hồi lưu và phễu nhỏ giọt được thay thế bằng khí nitơ, 16,9g (0,086 mol) mercaptopropyltrimetoxysilan (hợp chất silan chứa nhóm mercapto (9) nêu trên) và 16,9 g toluen được thêm vào, và hỗn hợp này được đun nóng đến 90°C. Vào hỗn hợp này, hỗn hợp gồm 80,0g dung dịch trong suốt không màu thu được ở trên và 0,168g (0,000874 mol) 2,2'- azobis(2-metylbutyronitril) được thêm vào qua phễu nhỏ giọt trong 2,5 giờ, và hỗn hợp này được khuấy trong 1 giờ trong khi giữ nguyên nhiệt độ để thu được polysiloxazan 1.

Vào polysiloxazan 1 thu được, dung môi isoparafin (IP Solvent 1620, do Idemitsu Kosan Co., Ltd. sản xuất, sử dụng tương tự sau đây.) đã được thêm vào để thay thế dung môi và nồng độ thành phần không bay hơi được điều chỉnh thành 50%. Chất này được xác định là chế phẩm 1 của polysiloxazan 1. Chế phẩm 1 thu được được phân tích IR và do đó, các đỉnh phổ thu được từ cấu trúc Si-N-Si (932 cm^{-1} và 1190 cm^{-1}), đỉnh thu được từ Si-O-Si (1092 cm^{-1}), và đỉnh thu được từ NH (3391 cm^{-1}) đã được quan sát thấy. Phân tích GPC hỗ trợ quá trình tạo ra polysiloxazan 1 đích có trọng lượng phân tử trung bình khối là 5300 và trọng lượng phân tử trung bình số là 2600. Hình 1 thể hiện phổ IR.

<Thành phần (A) và Thành phần so sánh>

A1: Chế phẩm (hàm lượng chất rắn 20% theo khối lượng) thu được bằng cách hòa tan và pha loãng, với dung môi isoparafin (IP Solvent 1620, do Idemitsu Kosan Co., Ltd. sản xuất), polysiloxazan 1 chứa các đơn vị cấu tạo a đến d được biểu thị bằng công thức (1) trong đó tỷ lệ mol giữa các đơn vị cấu tạo a:b:c:d là 18:4:16:1, m là 0, n là 40, R¹ là nhóm n-hexyl, R² là nhóm methyl, trọng lượng phân tử trung bình khối là 5300 và trọng lượng phân tử trung bình số là 2600. Trong Bảng, chỉ khối lượng của hàm lượng chất rắn (thành phần nhựa) được mô tả cho lượng thành phần tương ứng được thêm vào (hàm lượng) và dung môi isoparafin cũng được mô tả trong cột (D2).

A'1: Hợp chất polysilazan hữu cơ (KiON(R) HTA1500 Slow Cure, do AZ Electronic Materials SA sản xuất) với 100% thành phần hữu hiệu (hàm lượng chất rắn).

<Thành phần (B) và Thành phần so sánh>

B1: Hợp chất silicon (oligome silicon) có độ nhớt động học ở 25°C là 25 mm²/giây và có các nhóm metoxy ở mạch bên và cả hai đầu tận cùng (KR-500, do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất).

B2: Hợp chất silicon có độ nhớt động học ở 25°C là 14 mm²/giây, trong đó R⁴, R⁵, R⁸ và R⁹ trong công thức (10) mỗi nhóm là nhóm metoxy, R⁶ và R⁷ mỗi nhóm là nhóm methyl, và X¹ và X² mỗi nhóm là nhóm metoxy (X-40-2090, do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất).

B3: Hợp chất silicon có độ nhớt động học ở 25 °C là 60 mm²/giây, trong đó R⁴ đến R⁹ trong công thức (10) mỗi nhóm là nhóm methyl, và X¹ và X² mỗi nhóm là nhóm hydroxy (KF -9701, do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất).

B4: Hợp chất silicon có độ nhớt động học ở 25°C là 35 mm²/giây, trong đó R⁴ đến R⁹ trong công thức (10) mỗi nhóm là nhóm methyl, và X¹ và X² mỗi nhóm là nhóm carbinol được biểu thị bằng -CH₂CH₂CH₂OCH₂CH₂OH (X-22-160AS, do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất).

B5: Hợp chất silicon có độ nhớt động học ở 25°C là 40 mm²/giây, trong đó R⁴ đến R⁹ trong công thức (10) mỗi nhóm là nhóm methyl, và bất kỳ nhóm nào trong số X¹ và X² là nhóm carbinol được biểu thị bằng -CH₂CH₂CH₂OCH₂CH₂OH và nhóm còn lại trong số X¹ và X² là nhóm methyl (nghĩa là một đầu tận cùng là nhóm carbinol được biểu thị bằng -CH₂CH₂CH₂OCH₂CH₂OH và đầu tận cùng còn lại là nhóm methyl) (X-22-170BX, do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất).

B6: Hợp chất silicon có độ nhớt động học ở 25°C là 130 mm²/giây, trong đó R⁴ đến R⁹ trong công thức (10) mỗi nhóm là nhóm methyl, và bất kỳ nhóm nào trong số X¹ và X² là nhóm carbinol được biểu thị bằng công thức (11) và nhóm còn lại trong số X¹ và X² là nhóm methyl (ở đây, R¹⁰ trong công thức (11) là -CH₂CH₂CH₂OCH₂-, cả R¹¹ và R¹² là CH₂, và R¹³ là -CH₂CH₃) (X-22-176DX, do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất).

B7: Hợp chất silicon có độ nhớt động học ở 25°C là 8 mm²/giây, trong đó R⁴ đến R⁹ trong công thức (10) mỗi nhóm là nhóm methyl, và X¹ và X² mỗi nhóm là nhóm hydroxy (XC96 -C7123, do Momentive Performance Materials Inc. sản xuất).

B'1: Hợp chất silicon có độ nhớt động học ở 25°C là 55 mm²/giây, trong đó R⁴ đến R⁹ trong công thức (10) mỗi nhóm là nhóm methyl, và X¹ và X² mỗi nhóm là nhóm amino (X-22-161B, do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất).

<Thành phần (C)>

C1: Hợp chất titan hữu cơ (D-25, do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất).

C2: Hợp chất chelat nhôm (DX-9740, do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất).

<Thành phần (D)>

D1: Dung môi isoparafin chứa isododecan (MARUKASOL R, do Maruzen Petrochemical Co., Ltd. sản xuất).

D2: Dung môi isoparafin (IP Solvent 1620, do Idemitsu Kosan Co., Ltd. sản xuất).

Mỗi đặc tính được đánh giá theo các điều kiện sau.

<Sản xuất Mẫu thử>

Một miếng vải không dệt đã được tẩm đủ với từng chế phẩm đóng rắn được và mỗi chế phẩm đóng rắn được được phủ một lớp mỏng và trải đều bằng tay trên bề mặt của tấm sơn đen (chất liệu: SPCC-SD, kích thước: 0,8mm × 70mm × 150mm, một sản phẩm của ASAHI-BETECHNO). Sau đó, chế phẩm đóng rắn được còn dư được lau sạch bằng cách sử dụng một miếng vải sợi nhỏ khô và để yên trong môi trường có nhiệt độ 25°C và 55% RH trong 30 phút, 24 giờ hoặc 168 giờ để đóng rắn nhằm tạo ra ba loại mẫu thử.

<Đánh giá góc tiếp xúc với nước>

Trên mỗi bề mặt của các mẫu thử được sản xuất trong phần <Sản xuất Mẫu thử> và được đóng rắn bằng cách để yên trong 24 giờ, một giọt (0,005 mL) nước trao đổi ion

được nhỏ bằng ống nhỏ giọt. Góc tiếp xúc với nước trên bề mặt nền (mẫu thử) tại thời điểm này được đo bằng máy đo góc tiếp xúc (DM-500, do Kyowa Interface Science Co., Ltd. sản xuất) để đánh giá góc tiếp xúc với nước. Bảng 1 thể hiện các kết quả. Góc tiếp xúc với nước của chế phẩm đông rắn được theo sáng chế tốt hơn là có giá trị từ 97 độ hoặc lớn hơn và tốt hơn nữa là giá trị từ 99 độ hoặc lớn hơn. Trong khi đó, giới hạn trên của nó không bị giới hạn cụ thể và là 150 độ hoặc nhỏ hơn.

<Đánh giá độ ổn định của lớp phủ trong quá trình gia công ban đầu>

Trên mỗi bề mặt của các mẫu thử được sản xuất trong phần <Sản xuất Mẫu thử> và được đông rắn bằng cách để yên trong 30 phút hoặc 24 giờ, một giọt (0,005 mL) nước trao đổi ion được nhỏ bằng ống nhỏ giọt. Góc tiếp xúc với nước trên bề mặt nền (mẫu thử) tại thời điểm này được đo bằng máy đo góc tiếp xúc (DM-500, do Kyowa Interface Science Co., Ltd. sản xuất) để đánh giá góc tiếp xúc với nước. Bảng 1 thể hiện kết quả tính toán độ ổn định của lớp phủ trong quá trình gia công ban đầu bằng biểu thức dưới đây. Độ ổn định của lớp phủ trong quá trình gia công ban đầu (%) tốt hơn là từ 97% hoặc lớn hơn từ góc độ về độ ổn định trong quá trình đông rắn ban đầu. Trong khi đó, giới hạn trên của nó không bị giới hạn cụ thể, và là 120% hoặc nhỏ hơn.

[Biểu thức 1]

Độ ổn định của lớp phủ trong quá trình gia công ban đầu (%) = (Góc tiếp xúc với nước của mẫu được đông rắn bằng cách để yên trong 24 giờ/Góc tiếp xúc với nước của mẫu được đông rắn bằng cách để yên trong 30 phút) × 100.

<Phương pháp đánh giá góc trượt>

Trên mỗi bề mặt của các mẫu thử được sản xuất trong phần <Sản xuất Mẫu thử> và được đóng rắn bằng cách để yên trong 168 giờ, một giọt (khoảng 0,05 mL) nước trao đổi ion được nhỏ bằng ống nhỏ giọt. Mẫu thử được nghiêng dần dần từ trạng thái này để đo góc mà tại đó giọt nước bắt đầu chảy (góc trượt) và giá trị của góc trượt được đánh giá là chỉ số về đặc tính trượt (đặc tính trượt nước). Bảng 1 thể hiện các kết quả. Góc trượt mong muốn đối với đặc tính trượt của chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế là 20 độ hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 18 độ hoặc nhỏ hơn. Trong khi đó, giới hạn dưới của nó không bị giới hạn cụ thể và là 5 độ hoặc lớn hơn.

Bảng 1

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8	Ví dụ 9
A1	100	100	100	100	100	100	100	100	100
B1	50								
B2		50							
B3			50					100	200
B4				50					
B5					50				
B6						50			
B7							50		
C1	5	5	5	5	5	5	5	5	5
C2									
D1	4000	4000	4000	4000	4000	4000	4000	4000	4000
D2	400	400	400	400	400	400	400	400	400
Góc tiếp xúc với nước (°)	98,5	99,1	99,7	99,7	99,0	99,1	97,2	99,1	101,5
Độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.	97,6%	97,7%	99,6%	98,4%	98,1%	100,0%	98,8%	99,9%	100,2%
Góc trượt (°)	14	14	16	9	14	16	16	16	16

	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
A1	100		100
A'1		100	
B1			
B2			
B3		50	
B4			
B5			
B6			
B7			
B'1			50
C1		5	5
C2	10		
D1	4000	4000	4000
D2	400		400
Góc tiếp xúc với nước (°)	99,0	98,7	100,5

Độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.	96,4%	99,4%	94,6%
Góc trượt (°)	14	22	26

Từ kết quả của các ví dụ từ 1 đến 9 trong Bảng 1, thấy rằng chế phẩm đóng rắn được theo sáng chế có thể tạo thành lớp phủ có đặc tính trượt và chống bám nước tuyệt vời, đồng thời cũng có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu.

Ví dụ so sánh 1 trong Bảng 1 là chế phẩm đóng rắn được ngoại trừ (không có) thành phần (B) của sáng chế, và chế phẩm đóng rắn được này được phát hiện là có độ ổn định của lớp phủ kém trong quá trình gia công ban đầu. Ví dụ so sánh 2 là chế phẩm đóng rắn được tạo ra bằng cách sử dụng hợp chất polysilazan hữu cơ không phải là thành phần (A) của sáng chế, và chế phẩm đóng rắn được này được thấy là kém khi đánh giá về góc trượt. Ví dụ so sánh 3 là chế phẩm đóng rắn được tạo ra bằng cách sử dụng hợp chất silicon phản ứng được biến đổi amino ở cả hai đầu tận cùng không phải là thành phần (B) của sáng chế, và chế phẩm đóng rắn được này được thấy là kém khi đánh giá về độ ổn định của lớp phủ trong quá trình gia công ban đầu và góc trượt.

Khả năng áp dụng trong công nghiệp

Sáng chế này có thể tạo ra chế phẩm đóng rắn được mà có thể tạo thành lớp phủ có khả năng chống bám nước và đặc tính trượt tốt và có độ ổn định của lớp phủ tốt trong quá trình gia công ban đầu. Do đó, sáng chế có thể được sử dụng làm chế phẩm đóng rắn được trong các lĩnh vực như ô tô và do đó rất hữu ích trong công nghiệp.

Sáng chế dựa trên Đơn xin cấp bằng sáng chế của Nhật Bản số 2021-043634, được nộp vào ngày 17 tháng 3 năm 2021 và toàn bộ nội dung được bộc lộ trong đó được đưa vào đây bằng cách viện dẫn toàn bộ.

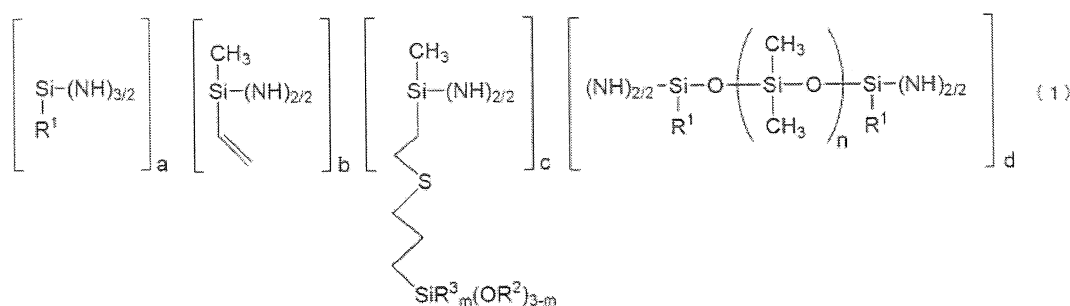
YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm đóng rắn được bao gồm:

thành phần (A) là hợp chất polysiloxazan có trọng lượng phân tử trung bình khối từ 3000 đến 10000 và trọng lượng phân tử trung bình số từ 2000 đến 8000; và

thành phần (B) là hợp chất silicon có nhóm silyl thủy phân được hoặc nhóm hydroxy, trong đó

thành phần (A) chứa các đơn vị cấu tạo a đến d được biểu thị bằng công thức (1) và tỷ lệ mol giữa mỗi đơn vị cấu tạo a:b:c:d là 5 đến 15 : 1 đến 3: 6 đến 10: 0,5 đến 1,5:



(Trong công thức (1), R^1 là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 3 đến 10 nguyên tử cacbon, và R^2 và R^3 mỗi nhóm độc lập là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon; và m là 0 hoặc 1 và n là số nguyên từ 30 đến 100).

2. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm 1, trong đó m trong thành phần (A) là 0.

3. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm 1 hoặc 2, trong đó R^1 trong thành phần (A) là nhóm alkyl hóa trị một không được thể có từ 4 đến 8 nguyên tử cacbon.

4. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó thành phần (B) có độ nhớt động học ở 25°C là từ 1 đến $500 \text{ mm}^2/\text{giây}$.

5. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó thành phần (B) chứa hợp chất silicon có, ở đầu tận cùng, một hoặc nhiều nhóm chức được chọn từ nhóm bao gồm nhóm dialkoxysilyl, nhóm trialkoxysilyl, nhóm silanol và nhóm carbinol.
6. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó thành phần (B) được chứa với lượng từ 0,1 đến 500 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của thành phần (A).
7. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó chế phẩm này còn bao gồm chất xúc tác là thành phần (C).
8. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm 7, trong đó thành phần (C) chứa một hoặc nhiều hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm hợp chất thiếc hữu cơ, hợp chất titan hữu cơ, hợp chất nhôm hữu cơ, hợp chất muối nhôm, hợp chất kẽm hữu cơ, hợp chất ziricon hữu cơ, hợp chất axit vô cơ, hợp chất axit hữu cơ, hợp chất bazơ vô cơ và hợp chất bazơ hữu cơ.
9. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó chế phẩm này còn bao gồm dung môi hữu cơ là thành phần (D).
10. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm 9, trong đó thành phần (D) là dung môi hydrocacbon thơm hoặc dung môi hydrocacbon béo.
11. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm 9 hoặc 10, trong đó thành phần (D) được chứa với lượng từ 200 đến 15000 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của thành phần (A).
12. Chế phẩm đóng rắn được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó chế phẩm đóng rắn được được sử dụng để tạo thành lớp phủ trên bề mặt của nền được chọn từ nhóm bao gồm kim loại, thủy tinh, gốm, nhựa, sợi, tấm thép, và tấm thép ngoại thất.

13. Lớp phủ được đóng rắn thu được bằng cách đóng rắn chế phẩm đóng rắn được nêu trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12.

14. Vật phẩm bao gồm lớp phủ được đóng rắn theo điểm 13, trong đó

vật phẩm này được chọn từ nhóm bao gồm ô tô, xe máy, xe đạp, phương tiện giao thông đường sắt, tấm pin năng lượng mặt trời, máy bán hàng tự động và tòa nhà.

15. Phương pháp tạo lớp phủ, bao gồm bước phủ chế phẩm đóng rắn được nêu trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11 lên bề mặt nền, và đóng rắn chế phẩm đóng rắn được trên nền này.

[Fig.1]

