



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103205897 A

(43) 申请公布日 2013. 07. 17

(21) 申请号 201310122566. 7

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2008. 10. 30

D06M 15/643 (2006. 01)

(30) 优先权数据

D06M 15/647 (2006. 01)

60/984, 752 2007. 11. 02 US

D06M 15/65 (2006. 01)

(62) 分案原申请数据

200880123798. 1 2008. 10. 30

(71) 申请人 莫门蒂夫性能材料股份有限公司

地址 美国纽约州

(72) 发明人 本杰明·福尔克 斯米塔·布里莫汉

(74) 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

11105

代理人 王国祥

权利要求书9页 说明书35页

(54) 发明名称

具有增强的湿强度的用环氧化合物和氨基硅烷的共聚物处理的织物

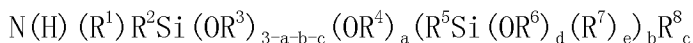
(57) 摘要

本发明提供了用组合物处理的织物,所述组合物包括以下物质 e) 与 f) 的反应产物:e). 包括至少两个环氧乙烷或氧杂环丁烷基团的环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物;和 f). 具有下式的氨基硅烷:
$$\text{N}(\text{H})(\text{R}^1)\text{R}^2\text{Si}(\text{OR}^3)_{3-a-b-c}(\text{OR}^4)_a(\text{R}^5\text{Si}(\text{OR}^6)_d(\text{R}^7)_e)_b\text{R}^8$$
,其中 R^1 选自 H 或含有 1-20 个碳原子的一价烃基; R^2 和 R^5 独立地选自氧或具有 1-60 个碳原子的二价直链或支链烃基; R^4 为含有 3-200 个碳原子的烃基; R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地选自具有 1-200 个碳原子的一价直链或支链烃基;下标 b 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值;下标 a 和 c 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值,有以下限制: $(a+b+c) \leq 3$;下标 d 和 e 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值,有以下限制: $(d+e) \leq 3$;其中所述织物具有增强的湿强度。

1. 用组合物处理过的处理织物,所述组合物包括以下物质 c) 与 d) 的反应产物:

c) 包括至少两个环氧乙烷或氧杂环丁烷基团的环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物;和

d) 具有下式的氨基硅烷:



其中 R^1 选自 H 或含有 1-20 个碳原子的一价烃基;

R^2 选自具有 1-60 个碳原子的二价直链或支链烃基;

R^4 为含有 3-200 个碳原子的烃基;

R^5 选自氧或具有 1-60 个碳原子的二价直链或支链烃基;

R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地选自具有 1-200 个碳原子的一价直链或支链烃基;

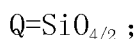
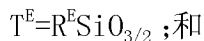
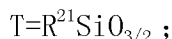
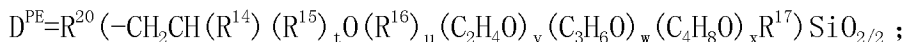
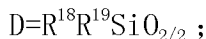
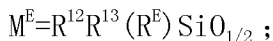
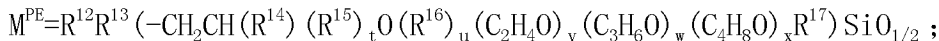
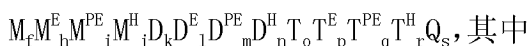
下标 b 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值;

下标 a 和 c 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值,有以下限制: $(a+b+c) \leq 3$;

下标 d 和 e 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值,有以下限制: $(d+e) \leq 3$,其中所述处理织物具有增强的湿强度。

2. 权利要求 1 的处理织物,其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物选自硅氧烷、烃和聚醚。

3. 权利要求 2 的处理织物,其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物为具有下式的硅氧烷:



其中 R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{14} 、 R^{15} 、 R^{16} 、 R^{17} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地选自具有 1-60 个碳原子的一价烃基;

R^{14} 为 H 或具有 1-6 个碳原子的烷基; R^{15} 为具有 1-6 个碳原子的二价烷基; R^{16} 选自二价基团 $-C_2H_4O-$ 、 $-C_3H_6O-$ 和 $-C_4H_8O-$; R^{17} 选自 H、具有 1-6 个碳原子的单官能的烃基、和乙酰基;

R^E 独立地为具有 1-60 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烃基;

下标 f 可为 0 或正数,有以下限制:当下标 f 为 0 时,则 h 必须为正数;

下标 h 为 0 或正数,有以下限制:当 h 为 0 时,则下标 f 为正数,且下标 h、l 和 p 的总和

为正数；

下标 k 为 0 或正数，且具有约 0- 约 1,000 的数值；

下标 l 为 0 或正数，且具有约 0- 约 400 的数值，有以下限制：下标 h、l 和 p 的总和为正数；

下标 o 为 0 或正数，且具有 0- 约 50 的数值；

下标 p 为 0 或正数，且具有 0- 约 30 的数值，有以下限制：下标 h、l 和 p 的总和为正数；

下标 s 为 0 或正数，且具有 0- 约 20 的数值；

下标 i 为 0 或正数，且具有 0- 约 20 的数值；

下标 m 为 0 或正数，且具有 0- 约 200 的数值；

下标 q 为 0 或正数，且具有 0- 约 30 的数值；

下标 j 为 0 或正数，且具有 0- 约 2 的数值；

下标 n 为 0 或正数，且具有 0- 约 20 的数值；

下标 r 为 0 或正数，且具有 0- 约 30 的数值；

下标 t 为 0 或 1；

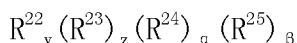
下标 u 为 0 或 1；

下标 v 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(v+w+x) > 0$ ；

下标 w 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(v+w+x) > 0$ ；

下标 x 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(v+w+x) > 0$ 。

4. 权利要求 1 的处理织物，其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物为具有下式的烃：

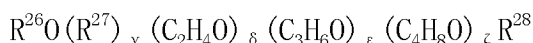


其中 R^{22} 和 R^{25} 独立地为具有 3-12 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烃基；

R^{23} 和 R^{24} 各自选自 H 或具有 1-1000 个碳原子的直链或支链一价烃基；

下标 y、z、 α 、 β 为在 0-4 范围内的 0 或正数，有以下限制： $(y+\beta) > 2$ 。

5. 权利要求 2 的处理织物，其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物为具有下式的聚醚：



其中 R^{26} 和 R^{28} 独立地为具有 3-12 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烃基；

R^{27} 选自二价基团 $-C_2H_4O-$ 、 $-C_3H_6O-$ 和 $-C_4H_8O-$ ；

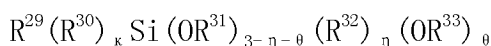
下标 γ 为 0 或 1；

下标 δ 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$ ；

下标 ϵ 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$ ；

下标 ζ 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$ 。

6. 权利要求 1 的处理织物，进一步包括具有下式的化合物的反应产物：



其中 R^{29} 为具有 3-12 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烃基；

R^{30} 为具有 1-60 个碳原子的二价烃基；

下标 κ 为 0 或 1；

R^{31} 和 R^{32} 独立地选自具有 1-60 个碳原子的一价直链或支链烷基；

下标 η 为 0 或正数, 且具有 0-3 的数值；

下标 θ 大于 0 且小于或等于 3, 有以下限制: $3 - \eta - \theta$ 大于或等于 0；

R^{33} 为含有 3-200 个碳原子的烷基。

7. 权利要求 1 的处理织物, 其中

R^1 具有 1-10 个碳原子；

R^2 具有 1-10 个碳原子；

R^4 具有 3-10 个碳原子；

R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地具有 1-20 个碳原子；

下标 a 为 1-3；

下标 b 为 0 至 25 以上；

下标 c 为 0-3；

R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地具有 1-4 个碳原子；

下标 f 、 l 、 m 、 n 、 o 、 p 、 q 、 r 各自独立地为 0-200；

下标 k 为 0-500；

下标 v 、 w 和 x 各自独立地为 0-50；

R^{23} 和 R^{24} 各自独立地具有 5-1000 个碳原子；

下标 δ 、 ε 、 ζ 各自独立地为 0-50；

R^{31} 和 R^{32} 各自独立地具有 1-10 个碳原子；且

R^{33} 具有 3-100 个碳原子。

8. 权利要求 1 的处理织物, 其中

R^1 具有 1-5 个碳原子；

R^2 具有 2-8 个碳原子；

R^4 具有 3-8 个碳原子；

R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地具有 1-15 个碳原子；

下标 a 为 2-3；

下标 b 为 0 至 15 以上；

下标 c 为 0-2；

R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地具有 1-3 个碳原子；

下标 f 、 l 、 m 、 n 、 o 、 p 、 q 、 r 各自独立地为 0-100；

下标 k 为 5-250；

下标 v 、 w 和 x 各自独立地为 0-35；

R^{23} 和 R^{24} 各自独立地具有 10-500 个碳原子；

下标 δ 、 ε 、 ζ 各自独立地为 0-30；

R^{31} 和 R^{32} 各自独立地具有 1-8 个碳原子；且

R^{33} 具有 3-50 个碳原子。

9. 权利要求 1 的处理织物, 其中

R^1 为氢；

R^2 具有 2-5 个碳原子；

R^4 具有 3-5 个碳原子；

R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地具有 2-8 个碳原子；

下标 a 为 0 或 1；

下标 b 为 3；

下标 c 为 0 或 1；

R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地为甲基；

下标 f、l、m、n、o、p、q、r 各自独立地为 0-50；

下标 k 为 5-150；

下标 v、w 和 x 各自独立地为 0-25；

R^{23} 和 R^{24} 各自独立地具有 5-1000 个碳原子；

下标 δ 、 ϵ 、 ζ 各自独立地为 0-15；

R^{31} 和 R^{32} 各自独立地具有 1-4 个碳原子；且

R^{33} 具有 3-10 个碳原子。

10. 权利要求 6 的处理织物，其中

R^1 具有 1-10 个碳原子；

R^2 具有 1-10 个碳原子；

R^4 具有 3-10 个碳原子；

R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地具有 1-20 个碳原子；

下标 a 为 1-3；

下标 b 为 0 至 25 以上；

下标 c 为 0-3；

R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地具有 1-4 个碳原子；

下标 f、l、m、n、o、p、q、r 各自独立地为 0-200；

下标 k 为 0-500；

下标 v、w 和 x 各自独立地为 0-50；

R^{23} 和 R^{24} 各自独立地具有 5-1000 个碳原子，更优选为 10-500 个碳原子，最优选为 10-300 个碳原子；

下标 δ 、 ϵ 、 ζ 各自独立地为 0-50；

R^{31} 和 R^{32} 各自独立地具有 1-10 个碳原子；且

R^{33} 具有 3-100 个碳原子。

11. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物，所述乳液含有权利要求 1 的组合物。

12. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物，所述乳液含有权利要求 2 的组合物。

13. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物，所述乳液含有权利要求 3 的组合物。

14. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物，所述乳液含有权利要求 4 的组合物。

15. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 5 的组合物。

16. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 6 的组合物。

17. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 7 的组合物。

18. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 8 的组合物。

19. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 9 的组合物。

20. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 10 的组合物。

21. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 1 的组合物。

22. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 2 的组合物。

23. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 3 的组合物。

24. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 4 的组合物。

25. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 5 的组合物。

26. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 6 的组合物。

27. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 7 的组合物。

28. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 8 的组合物。

29. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 9 的组合物。

30. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 10 的组合物。

31. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,且所述乳液含有权利要求 1 的组合物。

32. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 2 的组合物。

33. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 3 的组合物。

34. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述

乳液含有权利要求 4 的组合物。

35. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 5 的组合物。

36. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 6 的组合物。

37. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 7 的组合物。

38. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 8 的组合物。

39. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 9 的组合物。

40. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 10 的组合物。

41. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 1 的组合物。

42. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 2 的组合物。

43. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 3 的组合物。

44. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 4 的组合物。

45. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 5 的组合物。

46. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 6 的组合物。

47. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 7 的组合物。

48. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 8 的组合物。

49. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 9 的组合物。

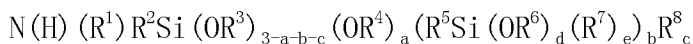
50. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有权利要求 10 的组合物。

51. 处理织物的方法,其包括以下步骤:

(i) 将组合物施用至所述织物,所述组合物包括以下物质 c) 与 d) 的反应产物:

c) 包括至少两个环氧乙烷或氧杂环丁烷基团的环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物;和

d) 具有下式的氨基硅烷:



其中 R^1 选自 H 或含有 1-20 个碳原子的一价烷基;

R^2 选自具有 1-60 个碳原子的二价直链或支链烷基；

R^4 为含有 3-200 个碳原子的烷基；

R^5 选自氧或具有 1-60 个碳原子的二价直链或支链烷基；

R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地选自具有 1-200 个碳原子的一价直链或支链烷基；

下标 b 为 0 或正数, 且具有 0-3 的数值；

下标 a 和 c 为 0 或正数, 且具有 0-3 的数值, 有以下限制: $(a+b+c) \leq 3$ ；

下标 d 和 e 为 0 或正数, 且具有 0-3 的数值, 有以下限制: $(d+e) \leq 3$, 其中所述处理织物具有增强的湿强度；和

(ii) 固化。

52. 权利要求 51 的方法, 其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物选自硅氧烷、烃和聚醚。

53. 权利要求 52 的方法, 其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物为具有下式的硅氧烷：

$M_T^E M_H^E M_I^{PE} M_J^H D_K D_L^{PE} D_M^{PE} D_N^H T_O T_P^{PE} T_Q^{PE} T_R^H Q_S$, 其中

$M = R^9 R^{10} R^{11} SiO_{1/2}$ ；

$M^H = R^{12} R^{13} HSiO_{1/2}$ ；

$M^{PE} = R^{12} R^{13} (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{1/2}$ ；

$M^E = R^{12} R^{13} (R^E) SiO_{1/2}$

$D = R^{18} R^{19} SiO_{2/2}$ ；和

$D^H = R^{20} HSiO_{2/2}$

$D^{PE} = R^{20} (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{2/2}$

$D^E = R^{20} R^E SiO_{2/2}$ 。

$T = R^{21} SiO_{3/2}$ ；

$T^H = HSiO_{3/2}$ ；

$T^{PE} = (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{3/2}$ ；

$T^E = R^E SiO_{3/2}$ ；和

$Q = SiO_{4/2}$ ；

其中 R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地选自具有 1-60 个碳原子的一价烷基；

R^{14} 为 H 或具有 1-6 个碳原子的烷基； R^{15} 为具有 1-6 个碳原子的二价烷基； R^{16} 选自二价基团 $-C_2H_4O-$ 、 $-C_3H_6O-$ 和 $-C_4H_8O-$ ； R^{17} 选自 H、具有 1-6 个碳原子的单官能的烷基、和乙酰基；

R^E 独立地为具有 1-60 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烷基；

下标 f 可为 0 或正数, 有以下限制：当下标 f 为 0 时, 则 h 必须为正数；

下标 h 为 0 或正数, 有以下限制：当 h 为 0 时, 则下标 f 为正数, 且下标 h 、 l 和 p 的总和为正数；

下标 k 为 0 或正数, 且具有约 0- 约 1,000 的数值；

下标 l 为 0 或正数, 且具有约 0- 约 400 的数值, 有以下限制：下标 h 、 l 和 p 的总和为正

数；

下标 o 为 0 或正数，且具有 0- 约 50 的数值；

下标 p 为 0 或正数，且具有 0- 约 30 的数值，有以下限制：下标 h、l 和 p 的总和为正数；

下标 s 为 0 或正数，且具有 0- 约 20 的数值；

下标 i 为 0 或正数，且具有 0- 约 20 的数值；

下标 m 为 0 或正数，且具有 0- 约 200 的数值；

下标 q 为 0 或正数，且具有 0- 约 30 的数值；

下标 j 为 0 或正数，且具有 0- 约 2 的数值；

下标 n 为 0 或正数，且具有 0- 约 20 的数值；

下标 r 为 0 或正数，且具有 0- 约 30 的数值；

下标 t 为 0 或 1；

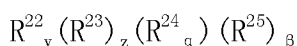
下标 u 为 0 或 1；

下标 v 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(v+w+x) > 0$ ；

下标 w 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(v+w+x) > 0$ ；和

下标 x 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(v+w+x) > 0$ 。

54. 权利要求 51 的方法，其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物为具有下式的烃：

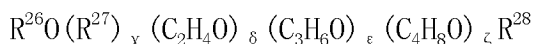


其中 R^{22} 和 R^{25} 独立地为具有 3-12 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烷基；

R^{23} 和 R^{24} 各自选自 H 或具有 1-1000 个碳原子的直链或支链一价烷基；

下标 y、z、 α 、 β 为在 0-4 范围内的 0 或正数，有以下限制： $(y+\beta) > 2$ 。

55. 权利要求 52 的方法，其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物为具有下式的聚醚：



其中 R^{26} 和 R^{28} 独立地为具有 3-12 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烷基；

R^{27} 选自二价基团 $-C_2H_4O-$ 、 $-C_3H_6O-$ 和 $-C_4H_8O-$ ；

下标 y 为 0 或 1；

下标 δ 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$ ；

下标 ϵ 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$ ；

下标 ζ 为 0 或正数，且具有 0- 约 100 的数值，有以下限制： $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$ 。

56. 权利要求 51 的方法，其中所述组合物为具有连续相和不连续相的乳液，所述连续相包括反应产物，所述不连续相包括水。

57. 权利要求 51 的方法，其中所述组合物为具有连续相和不连续相的乳液，所述不连续相包括反应产物，所述连续相包括水。

58. 权利要求 3 的处理织物，其中

R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地具有 1 至 4 个碳原子，优选 1 至 3 个碳原子，最优选为甲基；

下标 k 为 0 至 500，优选 5 至 250，更优选 5 至 150；和

下标 v、w 和 x 各自独立地为 0 至 50，优选 0 至 35，更优选 0 至 25。

59. 权利要求 4 的处理织物, 其中 R^{23} 和 R^{24} 各自独立地具有 5 至 1000 个碳原子, 优选 10 至 500 个碳原子, 更优选 10 至 300 个碳原子。

60. 权利要求 5 的处理织物, 其中下标 δ 、 ϵ 和 ζ 各自独立地为 0 至 50, 优选 0 至 30。

61. 权利要求 1 至 50 和权利要求 58 至 60 中任一项的处理织物, 其中

R^{31} 和 R^{32} 各自独立地具有 1 至 10 个碳原子, 优选 1 至 8 个碳原子, 更优选 1 至 4 个碳原子, 和 / 或

R^{33} 具有 3 至 100 个碳原子, 优选 3 至 50 个碳原子, 和更优选 3 至 10 个碳原子。

62. 提高织物的湿强度的方法, 包括以下步骤:

(i) 将组合物施用至所述织物, 所述组合物包括权利要求 1-10 中任一项中所定义环氧乙烷或氧杂环丁烷 (a) 和氨基硅烷 (b) 的反应产物; 和

(ii) 固化。

具有增强的湿强度的用环氧化合物和氨基硅烷的共聚物处理的织物

[0001] 本申请是申请日为 2008 年 10 月 30 日、申请号为 200880123798.1(PCT/US2008/012314)、题目为“具有增强的湿强度的用环氧化合物和氨基硅烷的共聚物处理的织物”的发明专利申请的分案申请。

[0002] 相关申请的交叉引用

[0003] 本申请要求 2007 年 11 月 2 日提交的序列号为 60/984753 的美国临时专利申请的优先权。

发明领域

[0004] 本发明涉及用环氧化合物和氨基硅烷的反应产物形成的共聚物处理的新型织物，提供具有增强的湿强度(wet strength)的织物。

[0005] 发明背景

[0006] 美国专利 US4,062,999A 描述了一种用氨基官能的硅烷和环氧官能的有机硅的混合物处理纺织用纤维的方法。将未反应的混合物施用于纤维，随后在烘箱中热处理。

[0007] 美国专利 US4,359,545A 描述了氨基官能的有机硅和环氧官能的有机硅在织物表面上反应的方法。将共混物施用于织物，随后在烘箱中热处理。

[0008] 美国专利 US5,384,340 描述了可湿固化和/或可光固化的涂料体系的应用。该方法涉及首先使环氧官能的硅烷或甲基丙烯酰基官能的硅烷与过量的氨基官能的有机硅反应。剩余的未反应的氨基随后与环氧或异氰基官能的含有乙烯基的分子反应。所得到的物质同时含有可湿固化的烷氧基硅烷基团和可自由基固化的乙烯基。

[0009] EP1,116,813A1 描述了一种含有硅氧烷和氨基硅烷或有机硅季铵化合物的织物处理组合物，该硅氧烷具有环氧官能团和二醇官能团。优选将所述组合物配制成水乳液。将乳液施用于织物表面，接着热处理，以固化所述混合物。

[0010] 美国专利 US5,102,930A 描述了一种适用于整饰含有角蛋白纤维的织物材料(例如，羊毛)的基于有机硅的织物整饰剂。所述织物整饰剂为含有羟基的有机基聚硅氧烷与一种混合物的水乳液，所述混合物为胶态二氧化硅、和氨基官能的烷氧基硅烷或其水解产物与酸酐的反应产物、环氧官能的烷氧基硅烷化合物和固化催化剂的混合物。

[0011] 美国专利 US6,475,568B1 描述了不含硅烷或反应性基团的不可交联的有机硅聚醚非-(AB)_n型材料的合成。改性有机硅可表现出多种物理性能。根据有机取代基的性质，可将聚合物改性为亲水性、亲油性和疏水性。近来，使用烷基或聚醚以及聚二甲基硅氧烷单元制备了线型交替共聚物和线型无规共聚物。这些物质可用于多种应用，包括个人护理品(毛发调理剂、皮肤护理品和加色化妆品(color cosmetic))、织物处理、硬表面改性剂、农业助剂，等等。遗憾的是，这些物质为液体，且当施用于表面时，尤其是当表面是湿的时，显示有限的持久性。也就是说，用上述现有技术的材料处理的非织造织物不仅显示有限的持久性，而且不能为施用该材料的织物提供良好的湿强度。本发明的主题克服了这些缺点并且提供了具有增加的湿强度的非织造织物，定在下面的节段中作进一步描述。

[0012] 发明概述

[0013] 本发明提供了一种组合物和用该组合物处理的织物,所述组合物包括以下物质 a) 与 b) 的反应产物:

[0014] a) 包括至少两个环氧乙烷或氧杂环丁烷基团的环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物;
和

[0015] b) 具有下式的氨基硅烷:

[0016] $N(H)(R^1)R^2Si(OR^3)_{3-a-b-c}(OR^4)_a(R^5Si(OR^6)_d(R^7)_e)_bR^8$

[0017] 其中 R^1 选自 H 或含有 1-20 个碳原子的一价烷基;

[0018] R^2 选自具有 1-60 个碳原子的二价直链或支链烷基;

[0019] R^4 为含有 3-200 个碳原子的烷基;

[0020] R^5 选自氧或具有 1-60 个碳原子的二价直链或支链烷基;

[0021] R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地选自具有 1-200 个碳原子的一价直链或支链烷基;

[0022] 下标 b 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值;

[0023] 下标 a 和 c 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值,有以下限制: $(a+b+c) \leq 3$;

[0024] 下标 d 和 e 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值,有以下限制: $(d+e) \leq 3$;其中用该组合物处理的织物具有增加的湿强度。

[0025] 特别是,本发明涉及由纤维素纤维构成的非织造织物如薄织物 (tissue),该非织造织物涂布有本申请所述的组合物。本发明的一个目的是提供经处理的非织造织物,其在干燥状态相当牢固,当它们用水浸泡时也不失去其强度。亦即,本目的是提供薄织物、医用外衣 (medical gowns)、地板覆盖物、织物、尿布衬里,和通常由纤维素、聚酯、聚丙烯和尼龙通过热、机械或化学方式结合在一起制得的其它非织造织物,其涂布有本发明至少一种组合物,从而具有增强的湿强度。

[0026] 本发明的另一目的是使用本发明的组合物,提供形成非织造织物如薄织物的持久处理的简单方法。

[0027] 本发明包括:

[0028] 1. 用组合物处理过的处理织物,所述组合物包括以下物质 c) 与 d) 的反应产物:

[0029] c) 包括至少两个环氧乙烷或氧杂环丁烷基团的环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物;
和

[0030] d) 具有下式的氨基硅烷:

[0031] $N(H)(R^1)R^2Si(OR^3)_{3-a-b-c}(OR^4)_a(R^5Si(OR^6)_d(R^7)_e)_bR^8$

[0032] 其中 R^1 选自 H 或含有 1-20 个碳原子的一价烷基;

[0033] R^2 选自具有 1-60 个碳原子的二价直链或支链烷基;

[0034] R^4 为含有 3-200 个碳原子的烷基;

[0035] R^5 选自氧或具有 1-60 个碳原子的二价直链或支链烷基;

[0036] R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地选自具有 1-200 个碳原子的一价直链或支链烷基;

[0037] 下标 b 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值;

[0038] 下标 a 和 c 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值,有以下限制: $(a+b+c) \leq 3$;

[0039] 下标 d 和 e 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值,有以下限制: $(d+e) \leq 3$,其中所述处理织物具有增强的湿强度。

[0040] 2. 项 1 的处理织物,其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物选自硅氧烷、烃和聚醚。

[0041] 3. 项 2 的处理织物,其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物为具有下式的硅氧烷:

[0042] $M_f M_h^E M_i^{PE} M_j^H D_k D_l^E D_m^{PE} D_n^H T_o T_p^E T_q^{PE} T_r^H Q_s$, 其中

[0043] $M=R^9 R^{10} R^{11} SiO_{1/2}$;

[0044] $M^H=R^{12} R^{13} HSiO_{1/2}$;

[0045] $M^{PE}=R^{12} R^{13} (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{1/2}$;

[0046] $M^E=R^{12} R^{13} (R^E) SiO_{1/2}$;

[0047] $D=R^{18} R^{19} SiO_{2/2}$;

[0048] $D^H=R^{20} HSiO_{2/2}$;

[0049] $D^{PE}=R^{20} (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{2/2}$;

[0050] $D^E=R^{20} R^E SiO_{2/2}$;

[0051] $T=R^{21} SiO_{3/2}$;

[0052] $T^H=HSiO_{3/2}$;

[0053] $T^{PE}=(-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{3/2}$;

[0054] $T^E=R^E SiO_{3/2}$;和

[0055] $Q=SiO_{4/2}$;

[0056] 其中 R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地选自具有 1-60 个碳原子的一价烷基;

[0057] R^{14} 为 H 或具有 1-6 个碳原子的烷基; R^{15} 为具有 1-6 个碳原子的二价烷基; R^{16} 选自二价基团 $-C_2H_4O-$ 、 $-C_3H_6O-$ 和 $-C_4H_8O-$; R^{17} 选自 H、具有 1-6 个碳原子的单官能的烷基、和乙酰基;

[0058] R^E 独立地为具有 1-60 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烷基;

[0059] 下标 f 可为 0 或正数,有以下限制:当下标 f 为 0 时,则 h 必须为正数;

[0060] 下标 h 为 0 或正数,有以下限制:当 h 为 0 时,则下标 f 为正数,且下标 h、l 和 p 的总和为正数;

[0061] 下标 k 为 0 或正数,且具有约 0- 约 1,000 的数值;

[0062] 下标 l 为 0 或正数,且具有约 0- 约 400 的数值,有以下限制:下标 h、l 和 p 的总和为正数;

[0063] 下标 o 为 0 或正数,且具有 0- 约 50 的数值;

[0064] 下标 p 为 0 或正数,且具有 0- 约 30 的数值,有以下限制:下标 h、l 和 p 的总和为正数;

[0065] 下标 s 为 0 或正数,且具有 0- 约 20 的数值;

[0066] 下标 i 为 0 或正数,且具有 0- 约 20 的数值;

[0067] 下标 m 为 0 或正数,且具有 0- 约 200 的数值;

[0068] 下标 q 为 0 或正数,且具有 0- 约 30 的数值;

[0069] 下标 j 为 0 或正数,且具有 0- 约 2 的数值;

- [0070] 下标 n 为 0 或正数, 且具有 0- 约 20 的数值;
- [0071] 下标 r 为 0 或正数, 且具有 0- 约 30 的数值;
- [0072] 下标 t 为 0 或 1;
- [0073] 下标 u 为 0 或 1;
- [0074] 下标 v 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(v+w+x) > 0$;
- [0075] 下标 w 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(v+w+x) > 0$;
- [0076] 下标 x 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(v+w+x) > 0$ 。
- [0077] 4. 项 1 的处理织物, 其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物为具有下式的烃:
- [0078] $R^{22}_y(R^{23})_z(R^{24})_\alpha(R^{25})_\beta$
- [0079] 其中 R^{22} 和 R^{25} 独立地为具有 3-12 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烷基;
- [0080] R^{23} 和 R^{24} 各自选自 H 或具有 1-1000 个碳原子的直链或支链一价烷基;
- [0081] 下标 y 、 z 、 α 、 β 为在 0-4 范围内的 0 或正数, 有以下限制: $(y+\beta) > 2$ 。
- [0082] 5. 项 2 的处理织物, 其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物为具有下式的聚醚:
- [0083] $R^{26}O(R^{27})_y(C_2H_4O)_\delta(C_3H_6O)_\epsilon(C_4H_8O)_\zeta R^{28}$
- [0084] 其中 R^{26} 和 R^{28} 独立地为具有 3-12 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烷基;
- [0085] R^{27} 选自二价基团 $-C_2H_4O-$ 、 $-C_3H_6O-$ 和 $-C_4H_8O-$;
- [0086] 下标 y 为 0 或 1;
- [0087] 下标 δ 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$;
- [0088] 下标 ϵ 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$;
- [0089] 下标 ζ 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$ 。
- [0090] 6. 项 1 的处理织物, 进一步包括具有下式的化合物的反应产物:
- [0091] $R^{29}(R^{30})_\kappa Si(OR^{31})_{3-\eta-\theta}(R^{32})_\eta(OR^{33})_\theta$
- [0092] 其中 R^{29} 为具有 3-12 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烷基;
- [0093] R^{30} 为具有 1-60 个碳原子的二价烷基;
- [0094] 下标 κ 为 0 或 1;
- [0095] R^{31} 和 R^{32} 独立地选自具有 1-60 个碳原子的一价直链或支链烷基;
- [0096] 下标 η 为 0 或正数, 且具有 0-3 的数值;
- [0097] 下标 θ 大于 0 且小于或等于 3, 有以下限制: $3-\eta-\theta$ 大于或等于 0;
- [0098] R^{33} 为含有 3-200 个碳原子的烷基。
- [0099] 7. 项 1 的处理织物, 其中
- [0100] R^1 具有 1-10 个碳原子;
- [0101] R^2 具有 1-10 个碳原子;
- [0102] R^4 具有 3-10 个碳原子;
- [0103] R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地具有 1-20 个碳原子;
- [0104] 下标 a 为 1-3;
- [0105] 下标 b 为 0 至 25 以上;

- [0106] 下标 c 为 0-3 ;
- [0107] R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地具有 1-4 个碳原子 ;
- [0108] 下标 f 、 l 、 m 、 n 、 o 、 p 、 q 、 r 各自独立地为 0-200 ;
- [0109] 下标 k 为 0-500 ;
- [0110] 下标 v 、 w 和 x 各自独立地为 0-50 ;
- [0111] R^{23} 和 R^{24} 各自独立地具有 5-1000 个碳原子 ;
- [0112] 下标 δ 、 ε 、 ζ 各自独立地为 0-50 ;
- [0113] R^{31} 和 R^{32} 各自独立地具有 1-10 个碳原子 ;且
- [0114] R^{33} 具有 3-100 个碳原子。
- [0115] 8. 项 1 的处理织物,其中
- [0116] R^1 具有 1-5 个碳原子 ;
- [0117] R^2 具有 2-8 个碳原子 ;
- [0118] R^4 具有 3-8 个碳原子 ;
- [0119] R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地具有 1-15 个碳原子 ;
- [0120] 下标 a 为 2-3 ;
- [0121] 下标 b 为 0 至 15 以上 ;
- [0122] 下标 c 为 0-2 ;
- [0123] R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地具有 1-3 个碳原子 ;
- [0124] 下标 f 、 l 、 m 、 n 、 o 、 p 、 q 、 r 各自独立地为 0-100 ;
- [0125] 下标 k 为 5-250 ;
- [0126] 下标 v 、 w 和 x 各自独立地为 0-35 ;
- [0127] R^{23} 和 R^{24} 各自独立地具有 10-500 个碳原子 ;
- [0128] 下标 δ 、 ε 、 ζ 各自独立地为 0-30 ;
- [0129] R^{31} 和 R^{32} 各自独立地具有 1-8 个碳原子 ;且
- [0130] R^{33} 具有 3-50 个碳原子。
- [0131] 9. 项 1 的处理织物,其中
- [0132] R^1 为氢 ;
- [0133] R^2 具有 2-5 个碳原子 ;
- [0134] R^4 具有 3-5 个碳原子 ;
- [0135] R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地具有 2-8 个碳原子 ;
- [0136] 下标 a 为 0 或 1 ;
- [0137] 下标 b 为 3 ;
- [0138] 下标 c 为 0 或 1 ;
- [0139] R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地为甲基 ;
- [0140] 下标 f 、 l 、 m 、 n 、 o 、 p 、 q 、 r 各自独立地为 0-50 ;
- [0141] 下标 k 为 5-150 ;
- [0142] 下标 v 、 w 和 x 各自独立地为 0-25 ;
- [0143] R^{23} 和 R^{24} 各自独立地具有 5-1000 个碳原子 ;
- [0144] 下标 δ 、 ε 、 ζ 各自独立地为 0-15 ;

- [0145] R^{31} 和 R^{32} 各自独立地具有 1-4 个碳原子 ; 且
- [0146] R^{33} 具有 3-10 个碳原子。
- [0147] 10. 项 6 的处理织物, 其中
- [0148] R^1 具有 1-10 个碳原子 ;
- [0149] R^2 具有 1-10 个碳原子 ;
- [0150] R^4 具有 3-10 个碳原子 ;
- [0151] R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地具有 1-20 个碳原子 ;
- [0152] 下标 a 为 1-3 ;
- [0153] 下标 b 为 0 至 25 以上 ;
- [0154] 下标 c 为 0-3 ;
- [0155] R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地具有 1-4 个碳原子 ;
- [0156] 下标 f、l、m、n、o、p、q、r 各自独立地为 0-200 ;
- [0157] 下标 k 为 0-500 ;
- [0158] 下标 v、w 和 x 各自独立地为 0-50 ;
- [0159] R^{23} 和 R^{24} 各自独立地具有 5-1000 个碳原子, 更优选为 10-500 个碳原子, 最优选为 10-300 个碳原子 ;
- [0160] 下标 δ 、 ε 、 ζ 各自独立地为 0-50 ;
- [0161] R^{31} 和 R^{32} 各自独立地具有 1-10 个碳原子 ; 且
- [0162] R^{33} 具有 3-100 个碳原子。
- [0163] 11. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物, 所述乳液含有项 1 的组合物。
- [0164] 12. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物, 所述乳液含有项 2 的组合物。
- [0165] 13. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物, 所述乳液含有项 3 的组合物。
- [0166] 14. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物, 所述乳液含有项 4 的组合物。
- [0167] 15. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物, 所述乳液含有项 5 的组合物。
- [0168] 16. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物, 所述乳液含有项 6 的组合物。
- [0169] 17. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物, 所述乳液含有项 7 的组合物。
- [0170] 18. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物, 所述乳液含有项 8 的组合物。
- [0171] 19. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物, 所述乳液含有项 9 的组合物。
- [0172] 20. 一种用其中不连续相含有水的水乳液处理过的处理织物, 所述乳液含有项 10 的组合物。

- [0173] 21. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 1 的组合物。
- [0174] 22. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 2 的组合物。
- [0175] 23. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 3 的组合物。
- [0176] 24. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 4 的组合物。
- [0177] 25. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 5 的组合物。
- [0178] 26. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 6 的组合物。
- [0179] 27. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 7 的组合物。
- [0180] 28. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 8 的组合物。
- [0181] 29. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 9 的组合物。
- [0182] 30. 一种用其中连续相含有水的水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 10 的组合物。
- [0183] 31. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,且所述乳液含有项 1 的组合物。
- [0184] 32. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 2 的组合物。
- [0185] 33. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 3 的组合物。
- [0186] 34. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 4 的组合物。
- [0187] 35. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 5 的组合物。
- [0188] 36. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 6 的组合物。
- [0189] 37. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 7 的组合物。
- [0190] 38. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 8 的组合物。
- [0191] 39. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 9 的组合物。
- [0192] 40. 一种用其中不连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,

所述乳液含有项 10 的组合物。

[0193] 41. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 1 的组合物。

[0194] 42. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 2 的组合物。

[0195] 43. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 3 的组合物。

[0196] 44. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 4 的组合物。

[0197] 45. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 5 的组合物。

[0198] 46. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 6 的组合物。

[0199] 47. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 7 的组合物。

[0200] 48. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 8 的组合物。

[0201] 49. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 9 的组合物。

[0202] 50. 一种用其中连续相含有非水羟基有机溶剂的非水乳液处理过的处理织物,所述乳液含有项 10 的组合物。

[0203] 发明详述

[0204] 本发明提供了用组合物处理过的具有增强的湿强度的织物,所述组合物包括以下物质 a) 与 b) 的反应产物:

[0205] a) 包括至少两个环氧乙烷或氧杂环丁烷基团的环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物;和

[0206] b) 具有下式的氨基硅烷:

[0207] $N(H)(R^1)R^2Si(OR^3)_{3-a-b-c}(OR^4)_a(R^5Si(OR^6)_d(R^7)_e)_bR^8_c$

[0208] 其中 R^1 选自 H 或含有 1-20 个碳原子的一价烷基;

[0209] R^2 选自具有 1-60 个碳原子的二价直链或支链烷基;

[0210] R^4 为含有 3-200 个碳原子的烷基;

[0211] R^5 选自氧或具有 1-60 个碳原子的二价直链或支链烷基;

[0212] R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地选自具有 1-200 个碳原子的一价直链或支链烷基;

[0213] 下标 b 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值;

[0214] 下标 a 和 c 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值,有以下限制: $(a+b+c) \leq 3$;

[0215] 下标 d 和 e 为 0 或正数,且具有 0-3 的数值,有以下限制: $(d+e) \leq 3$,其中所述织物具有增强的湿强度。

[0216] 本发明还提供了用这种反应产物组合物处理的非织造织物,在所述组合物中环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物选自硅氧烷、烃和聚醚,具体地,其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷

化合物为具有下式的硅氧烷：

[0217] $M_f M_h^E M_i^{PE} M_j^H D_k D_l^{PE} D_m^H T_o T_p^E T_q^{PE} T_r^H Q_s$, 其中

[0218] $M = R^9 R^{10} R^{11} SiO_{1/2}$;

[0219] $M^H = R^{12} R^{13} HSiO_{1/2}$;

[0220] $M^{PE} = R^{12} R^{13} (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{1/2}$;

[0221] $M^E = R^{12} R^{13} (R^E) SiO_{1/2}$;

[0222] $D = R^{18} R^{19} SiO_{2/2}$;

[0223] $D^H = R^{20} HSiO_{2/2}$;

[0224] $D^{PE} = R^{20} (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{2/2}$;

[0225] $D^E = R^{20} R^E SiO_{2/2}$;

[0226] $T = R^{21} SiO_{3/2}$;

[0227] $T^H = HSiO_{3/2}$;

[0228] $T^{PE} = (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{3/2}$;

[0229] $T^E = R^E SiO_{3/2}$; 和

[0230] $Q = SiO_{4/2}$;

[0231] 其中 R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自独立地选自具有 1-60 个碳原子的一价烷基；

[0232] R^{14} 为 H 或具有 1-6 个碳原子的烷基； R^{15} 为具有 1-6 个碳原子的二价烷基； R^{16} 选自二价基团 $-C_2H_4O-$ 、 $-C_3H_6O-$ 和 $-C_4H_8O-$ ； R^{17} 为 H、具有 1-6 个碳原子的单官能的烷基、或乙酰基；

[0233] R^E 独立地为具有 1-60 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烷基；

[0234] 下标 f 可为 0 或正数，有以下限制：当下标 f 为 0 时，则 h 必须为正数；

[0235] 下标 h 可为 0 或正数，有以下限制：当 h 为 0 时，则下标 f 必须为正数，且下标 h、l 和 p 的总和为正数；

[0236] 下标 k 为 0 或正数，且具有约 0- 约 1,000 的数值；

[0237] 下标 l 为 0 或正数，且具有约 0- 约 400 的数值，有以下限制：下标 h、l 和 p 的总和为正数；

[0238] 下标 o 为 0 或正数，且具有 0- 约 50 的数值；

[0239] 下标 p 为 0 或正数，且具有 0- 约 30 的数值，有以下限制：下标 h、l 和 p 的总和为正数；

[0240] 下标 s 为 0 或正数，且具有 0- 约 20 的数值；

[0241] 下标 i 为 0 或正数，且具有 0- 约 20 的数值；

[0242] 下标 m 为 0 或正数，且具有 0- 约 200 的数值；

[0243] 下标 q 为 0 或正数，且具有 0- 约 30 的数值；

[0244] 下标 j 为 0 或正数，且具有 0- 约 2 的数值；

[0245] 下标 n 为 0 或正数，且具有 0- 约 20 的数值；

[0246] 下标 r 为 0 或正数，且具有 0- 约 30 的数值；

[0247] 下标 t 为 0 或 1；

[0248] 下标 u 为 0 或 1；

[0249] 下标 v 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(v+w+x) > 0$ ；

[0250] 下标 w 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(v+w+x) > 0$ ；

[0251] 下标 x 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(v+w+x) > 0$ ；

[0252] 或者, 其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物为具有下式的烃：

[0253] $R^{22}_y(R^{23})_z(R^{24})_\alpha(R^{25})_\beta$

[0254] 其中 R^{22} 和 R^{25} 独立地为具有 3-12 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烃基；

[0255] R^{23} 和 R^{24} 各自选自 H 或具有 1-200 个碳原子的直链或支链一价烃基；

[0256] 下标 y 、 z 、 α 、 β 为在 0-4 范围内的 0 或正数, 有以下限制: $(y+\beta) > 2$ ；

[0257] 或者, 其中所述环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物为具有下式的聚醚：

[0258] $R^{26}O(R^{27})_y(C_2H_4O)_\delta(C_3H_6O)_\epsilon(C_4H_8O)_\zeta R^{28}$

[0259] 其中 R^{26} 和 R^{28} 独立地为具有 3-12 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烃基；

[0260] R^{27} 选自二价基团 $-C_2H_4O-$ 、 $-C_3H_6O-$ 和 $-C_4H_8O-$ ；

[0261] 下标 y 为 0 或 1；

[0262] 下标 δ 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$ ；

[0263] 下标 ϵ 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$ ；

[0264] 下标 ζ 为 0 或正数, 且具有 0- 约 100 的数值, 有以下限制: $(\delta + \epsilon + \zeta) > 0$ 。

[0265] 本发明还提供了用一种环氧化合物和氨基硅烷的反应产物处理的具有增强的湿强度的织物, 该反应产物进一步包括具有下式的化合物的反应产物：

[0266] $R^{29}(R^{30})_\kappa Si(OR^{31})_{3-\eta-\theta}(R^{32})_\eta(OR^{33})_\theta$

[0267] 其中 R^{29} 为具有 3-12 个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烃基；

[0268] R^{30} 为具有 1-60 个碳原子的二价烃基；

[0269] 下标 κ 为 0 或 1；

[0270] R^{31} 和 R^{32} 独立地选自具有 1-60 个碳原子的一价直链或支链烃基；

[0271] 下标 η 为 0 或正数, 且具有 0-3 的数值；

[0272] 下标 θ 大于 0 且小于或等于 3, 有以下限制: $3-\eta-\theta$ 大于或等于 0；

[0273] R^{33} 为含有 3-200 个碳原子的烃基。

[0274] 本文使用的措辞烃基包括可任选被杂原子（特别是氮、氧和硫）取代且可任选含有环结构（例如环氧乙烷和氧杂环丁烷基团）的烃基。

[0275] 优选的实施方式

[0276] 优选的实施方式包括用至少一种组合物处理的织物, 该组合物通过环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物与含有氨基的化合物反应制得, 环氧乙烷或环氧基团与氨基的摩尔比优选为约 1- 约 4, 更优选大于约 1.1 且小于约 3.9, 最优选大于约 1.2 且小于约 3.8。 R^1 优选为具有 1- 约 10 个碳原子的一价烃基或氢, 更优选具有 1- 约 5 个碳原子的一价烃基或氢, 最优选 R^1 为 H。 R^2 优选为具有 1- 约 10 个碳原子、更优选 2- 约 8 个碳原子、最优选 3- 约 5 个碳原子的一价烃基。 R^4 优选为具有 3- 约 10 个碳原子、更优选 3- 约 8 个碳原子、最优选 3- 约

5 个碳原子的一价烷基。 R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自优选为具有 1- 约 20 个碳原子、更优选 1- 约 15 个碳原子、最优选 2- 约 8 个碳原子的一价烷基。下标 a 为 0- 约 3, 优选为约 1- 约 3, 更优选为约 2- 约 3, 最优选为 0- 约 1。下标 b 为 0- 约 25, 更优选为 0- 约 15, 最优选为 3。下标 c 为 0- 约 3, 更优选为 0- 约 2, 最优选为 0- 约 1。 R^9 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{12} 、 R^{13} 、 R^{18} 、 R^{19} 、 R^{20} 和 R^{21} 各自优选为具有 1- 约 4 个碳原子、更优选 1- 约 3 个碳原子、最优选 1 个碳原子的一价烷基。下标 f、l、m、n、o、p、q、r、s 各自为 0- 约 200, 更优选为 0- 约 100, 最优选为 0- 约 50。下标 k 为 0- 约 500, 更优选为 5- 约 250, 最优选为 5- 约 150。下标 v、w 和 x 各自为 0- 约 50, 更优选为 0- 约 35, 最优选为 0- 约 25。 R^{23} 和 R^{24} 各自优选为具有 5- 约 1000 个碳原子、更优选 10- 约 500 个碳原子、最优选 10- 约 300 个碳原子的一价烷基。下标 δ 、 ϵ 、 ζ 为 0- 约 50, 更优选为 0- 约 30, 最优选为 0- 约 15。 R^{31} 和 R^{32} 各自优选为具有 1- 约 10 个碳原子、更优选 1- 约 8 个碳原子、最优选 1- 约 4 个碳原子的一价烷基。 R^{33} 各自优选为具有 3- 约 100 个碳原子、更优选 3- 约 50 个碳原子、最优选 3- 约 10 个碳原子的一价烷基。

[0277] 本发明公开提到了在与一种或多种其他物质、组分或成分开始接触、原位形成、共混或混合之前已经存在的物质、组分或成分。如果正如本发明公开所应用的常识及相关领域普通技术人员（例如化学工作者）通常理解的那样，则通过在接触、原位形成、共混或混合操作过程中所进行的化学反应或转化会使得作为反应产物、所得到的混合物，等等指定的物质、组分或成分获得一种认定、性能或特性。化学反应物或原料至化学产物或最终的物质的转化为持续展开的过程，与发生的速度无关。因此，转化过程处于这样一种进程中，其中可能会存在原料和最终的物质以及中间体物类的混合物，该中间体物类根据其动力学寿命，使用目前本领域普通技术人员已知的分析技术可容易检测或难以检测。

[0278] 在本说明书或其权利要求中，通过化学名称或化学式所指的反应物和组分，无论是单数形式或复数形式，在与通过化学名称或化学类型所指的另一种物质（例如，另一种反应物或溶剂）接触之前可认为已经存在。在所得到的混合物、溶液或反应介质中发生的初步和 / 或过渡化学变化、转化或反应（如果存在），可看作中间体物类、母料，等等，且具有与反应产物或最终的物质不同的效用。其他随后的变化、转化或反应可以根据本发明公开所要求的条件将指定的反应物和 / 或组分放在一起而得到的结果。在这些其他随后的变化、转化或反应中，被放在一起的反应物、成分或组分可看作或表示反应产物或最终的物质。

[0279] 在描述作为最初物质的反应产物的，用于涂布本发明的非织造织物组合物 / 乳液时，提到所述的最初的物类，应注意到，可将附加物质加入到合成前体的最初混合物中。这些附加物质可为反应性或非反应性的。本发明限定的特性在于，反应产物是由至少本发明公开列举的组分的反应得到的。可将非反应性组分作为稀释剂加入到反应混合物中或赋予与作为反应产物制备的组合物性能不相关的附加的性能。因此，例如可在反应之前或之后将高度分散的固体（例如颜料）分散在反应混合物中，以生产另外包括非反应性组分（例如颜料）的反应产物组合物。还可加入附加的反应性组分；这些组分可与最初的反应物反应或者可与反应产物反应；措辞“反应产物”意欲包括这些可能的反应性组分以及包括添加非反应性组分。

[0280] 任选，组分 A 与组分 B 的反应可在可能具有或可能不具有反应性烷氧基硅烷部分的伯胺或仲胺存在下进行。结果是得到 A、B、和伯胺或仲胺的反应产物。这些伯胺的实例

为甲胺、乙胺、丙胺、乙醇胺、异丙胺、丁胺、异丁胺、己胺、十二烷基胺、油胺、苯胺氨基丙基三甲基硅烷、氨基丙基三乙基硅烷、氨基吗啉、氨基丙基二乙胺、苄胺、萘胺、3-氨基-9-乙基咪唑、1-氨基七氯己烷、2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-十五氟-1-辛胺,等等。仲胺的实例为甲基乙胺、甲基己胺、甲基十八烷基胺、二乙醇胺、二苄胺、二己胺、二环己胺、哌啶、吡咯烷、邻苯二甲酰亚胺,等等。还可使用聚合的胺。

[0281] 本发明实施方式的应用

[0282] A(每个分子中具有两个或更多个环氧乙烷或氧杂环丁烷基团的环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物)与B(氨基硅烷)的反应产物产生含有与聚合物链共价键合的烷氧基硅烷官能部分的聚合物,可以用于处理非织造织物,以便提高织物期望的性能如增加的湿强度和柔软性。这些烷氧基硅烷基团可特别通过水解而被激活,且进行进一步的反应,导致产生交联的网络。硅烷的交联机理通常为两步过程。第一步通常涉及烷氧基硅烷水解以形成硅烷醇。第二步通常涉及这样产生的硅烷醇自身或与其他反应性有机基团缩合。两个硅烷醇基团之间的反应产生热稳定的硅氧烷键。硅烷醇基团还可与有机部分可逆地缩合,所述有机部分例如醇、羧酸、胺、硫醇和酮(其他反应性基团)。形成的键不如硅氧烷键稳定。但是,当形成交联的网络时,逆反应的速率可剧烈下降或甚至停止。

[0283] 本发明组合物可作为纯组分、混合物或乳液用于处理非织造织物如薄织物、纸等。如通常已知的,乳液含有至少两个不混溶的相,其中一个为连续相,而另一个为不连续相。另外,乳液可为具有不同粘度的液体或气体,或者为固体。另外,乳液的粒度可使得它们成为微乳液,且当粒度足够小时,微乳液可为透明的。另外,还可制备乳液的乳液,这些通常称为多重乳液。这些乳液可为:

[0284] 1) 水乳液,其中不连续相含有水,而连续相含有本发明组合物;

[0285] 2) 水乳液,其中不连续相含有本发明组合物,而连续相含有水;

[0286] 3) 非水乳液,其中不连续相含有非水羟基溶剂,而连续相含有本发明组合物;和

[0287] 4) 非水乳液,其中连续相含有非水羟基有机溶剂,而不连续相含有本发明组合物。

[0288] 根据组分A和组分B的选择,可改变所得到的反应产物的亲水性或亲油性。因此,用上述组分A和组分B涂布的织物也具有这些组分的增强的亲水性或疏水性。由此根据亲水亲油平衡,所得到的反应产物可溶于极性水性溶剂或羟基溶剂中,或者可溶于非极性溶剂(例如油类、低分子量硅氧烷和有机硅,等等)。

[0289] 一旦将这些物质涂布在织物上,织物也将表现出相同的性质。亦即,根据反应产物的亲水亲油平衡,所得到的反应产物的亲水亲油平衡将赋予涂布这些反应产物的处理织物不同的性能。例如,更具亲水性的反应产物可赋予制造的制品如织物的一个或多个表面以亲水性。相反,更具疏水性的反应产物可赋予制造的制品如织物的一个或多个表面以疏水性。通过标准化试验容易测量这些亲水性或疏水性。本文使用的措辞织物包括由天然和人造纤维二者制备的织造织物和非织造织物二者。因此,用本发明的反应产物处理织造和非织造织物使得处理过的织物对水的响应增强,如通过标准化试验测量的,提高这样处理过的织物的亲水性或疏水性。

[0290] 亲水性试验

[0291] 在向非织造织物施用并固化本发明的反应产物之后,如AATCC试验方法79-1995测定的,涂布该反应产物的材料将不迁移(migrate),使得相邻的未处理的非织造织物显示

的渗透时间 (strike-through time) 大于 300 秒。

[0292] 在向非织造织物施用并固化本发明的反应产物之后,当实施 Inda 标准试验 IST80.4 时,所得的处理过的非织造织物的水高度小于 0.5cm,更优选小于 0.4cm 且最优选小于 0.1cm。

[0293] 在向非织造织物施用并固化本发明的反应产物之后,当实施 Edana 渗透时间 150.3-96 试验时,所得的处理过的材料的渗透时间小于 100 秒,更优选小于 50 秒,且最优选小于 10 秒。

[0294] 在向织物施用并固化本发明的反应产物之后,当实施 AATCC 试验方法 79-1992 时,处理过的织物的浸湿时间 (wet out time) 小于 50sec,更优选小于 30sec,最优选小于 20sec。

[0295] 在向织物施用并固化本发明的反应产物之后,当实施 ASTM D-5237 试验规程时,处理过的织物的芯吸值大于 10mm,更优选大于 12mm,且最优选大于 15mm。

[0296] 疏水性试验

[0297] 在向非织造织物施用并固化本发明的反应产物之后,如 AATCC 试验方法 79-1995 所述的,涂层将不迁移,随后测定相邻的未处理的非织造织物的渗透时间大于 300sec。

[0298] 在向非织造织物施用并固化本发明的反应产物之后,当实施 Inda 标准试验 IST80.4 时,非织造材料的水高度将大于 1.0cm,更优选大于 1.2cm 且最优选大于 1.5cm。

[0299] 在向非织造织物施用并固化本发明的反应产物之后,当实施 Edana 渗透时间 150.3-96 试验时,非织造织物的渗透时间大于 300 秒,更优选大于 350 秒且最优选大于 400 秒。

[0300] 在向织物施用并固化本发明的反应产物之后,当实施 AATCC 试验方法 79-1992 时,处理过的织物的浸湿时间大于 50 秒,更优选大于 100 秒且最优选大于 200 秒。

[0301] 在向织物施用并固化本发明的反应产物之后,当实施 ASTM D-5237 试验规程时,处理过的织物的芯吸值小于 10mm,更优选小于 5mm,且最优选小于 2mm。

[0302] 在向织物施用并固化本发明的反应产物之后,当实施 AATCC 试验方法 22-1989 时,处理过的织物在 5 次清洁剂洗涤之后的等级值 (rating value) 大于 50,更优选在 10 次洗涤之后的等级值大于 50,且最优选在 20 次洗涤之后的等级值大于 50。

[0303] 湿强度试验

[0304] 可以使用 Thwing Albert Tissue Burst Tester (EJA Vantage Series) 测量处理或未处理的材料的湿强度。该试验需要至少 4 英寸 × 5 英寸的样品尺寸。在薄织物的两个短尺寸处手持薄织物层并将该薄织物的中心部分浸入去离子水槽中 5 秒或者不管时间多长浸到完全浸湿为止。然后移开该薄织物,排干多余的水并置于 Burst 测试仪的夹具之间。可以将具有可调节速度的移动滑块 (crosshead) 设置到 60cm/s 的速度。一旦激活,就使用该仪器测量将湿态的薄织物层 / 纸崩裂所需要的最大载荷。

[0305] 在向非织造的基于纤维素的基底施用并固化本发明的反应产物之后,当用上述方法测量时,处理过的基底表现出湿强度提高至少 20%,更优选大于 200%,且最优选大于 1500%。

[0306] 小组柔软性试验 (Panel Softness Test) :

[0307] 可以使用小组柔软性试验测量织物如薄织物的柔软性。在测量柔软性之前,将薄

织物样品存放在正常大气条件下至少 1 周。存放期间的温度调节到约 22-25° C 且相对湿度为约 60-70%。所有样品（包括对照物）经受相同的存放条件。通过主观柔软性测试评价处理的薄织物样品和对照物。这可以用柔软度判断小组来完成，将用于评价的一对对薄织物呈现给该小组。每对薄织物适当标记为 A_x 和 B_x ，其中 A 和 B 为随机选择的标记用于处理的或未处理的薄织物，对于每个织物，x 是独一无二的数字编码。建议判断者在用手测量柔软度时闭上眼睛。对于每对薄织物，要求判断者评定柔软度等级 A 和 B。然后可以收集结果并使结果适合获得织物的柔软性因子（softness factor）。使用以下等式可以获得平均柔软性因子。

[0308] 柔软性等级 = (处理的薄织物的总等级 - 未处理的薄织物的总等级) / 样品数量。

[0309] 在向非织造的基于纤维素的基底施用并固化本发明的反应产物之后，当用上述方法测量时，处理过的基底的柔软性等级为 1-2，更优选为 2-3，最优选为 3-4。0 是未处理过的基底的等级，等级越高，则基底的柔软性越高。

[0310] 吸水量

[0311] 吸水量可以通过测量干燥的薄织物层浸入含去离子水的槽中约 2 秒至约 30 秒后吸收的水量。浸泡时间直接与润湿织物的容易性成比例。在将织物从水中取出之后，轻拍掉织物表面的水并称重织物，得到净重。

[0312] 在向非织造的基于纤维素的基底施用并固化本发明的反应产物之后，当用上述方法测量时，处理过的基底的吸水量值为每克基底至少 2 克水，更优选每克基底 3-5 克水，最优选每克基底大于 5 克水。

[0313] 吸水性 (Water absorptivity) :

[0314] 通过标准 TAPPI T432 试验方法测量吸水性。将 10- μ L 的去离子水滴置于织物上。对处理过的织物和未处理过的织物测量水滴吸入织物所需要的时间。

[0315] 对于亲水性而言，在向非织造的基于纤维素的基底施用并固化本发明的反应产物之后，当用上述方法测量时，处理过的基底的吸水性值为至少 80s，更优选 15-35s，最优选小于 15s。

[0316] 对于疏水性而言，在向非织造的基于纤维素的基底施用并固化本发明的反应产物之后，当用上述方法测量时，处理过的基底的吸水性值 >100s，更优选 >200s，最优选为 500-1000s。

[0317] 助表面活性剂 :

[0318] 本申请有用的助表面活性剂包括非离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、阴离子表面活性剂、两性表面活性剂、两性离子表面活性剂、聚合的表面活性剂或其任何混合物。表面活性剂通常是基于烃的、基于有机硅的或基于碳氟化合物的。

[0319] 另外，也有用的是其它助表面活性剂，其具有不妨碍超铺展 (superspreading) 的短链疏水基团，如美国专利 5,558,806 中所述，所述美国专利通过参考并入本申请。此外，上述组合物还可用作烷基氯、烷基碘和烷基溴类似物，以及与 HCl、乙酸、丙酸、乙醇酸、赤霉酸的酸对 (acid pairs)，等等。本领域技术人员理解季胺化的益处，季胺化增加溶解度以及可能与非离子和阴离子助表面活性剂相互作用。

[0320] 有用的表面活性剂包括含有嵌段共聚物的烷氧基化物，尤其是乙氧基化物，所述嵌段共聚物包括环氧乙烷、环氧丙烷、环氧丁烷及其混合物的共聚物；烷基芳基烷氧基

化物,尤其是乙氧基化物或丙氧基化物,以及它们的衍生物,包括烷基苯酚乙氧基化物;芳基芳基烷氧基化物,尤其是乙氧基化物或丙氧基化物,以及它们的衍生物;胺烷氧基化物,尤其是胺乙氧基化物;脂肪酸烷氧基化物;脂肪醇烷氧基化物;烷基磺酸盐;烷基苯和烷基萘磺酸盐;硫酸化脂肪醇,胺或酰胺;羟乙磺酸钠的酸酯(acid esters of sodium isethionate);磺基丁二酸钠的酯;硫酸化或磺化脂肪酸酯;石油磺酸盐;N-酰基肌氨酸盐;烷基多糖苷(alkyl polyglycoside);烷基乙氧基化的胺;等。

[0321] 具体的实例包括烷基炔属二醇(SURFONYL-Air Products)、基于吡咯烷酮(pyrrilodone)的表面活性剂(例如,SURFADONE-LP100-ISP)、2-乙基己基硫酸盐、异癸醇乙氧基化物(例如,RHODASURF DA530-Rhodia)、乙二胺烷氧基化物(TETRONICS-BASF)、环氧乙烷/环氧丙烷共聚物(PLURONICS-BASF)、Gemini 型表面活性剂(Rhodia)和二苯醚 Gemini 型表面活性剂(例如 DOWFAX-Dow Chemical)。

[0322] 优选的表面活性剂包括环氧乙烷/环氧丙烷共聚物(E0/P0);胺乙氧基化物;烷基多糖苷;氧代-十三烷醇乙氧基化物,等等。

[0323] 涂料:

[0324] 为了乳化、组分的增容、匀化(leveling)、流动和减少表面缺陷的目的,涂料制剂通常需要润湿剂或表面活性剂。此外,这些添加剂可给固化的或干的膜带来改进,例如改善的耐磨性、防粘连性、增强的湿强度、亲水性和疏水性。涂料制剂可作为含溶剂的涂料、含水的涂料和粉末涂料存在。

[0325] 涂料组分可用作:建筑涂料;OEM 产品涂料例如汽车涂料和卷材涂料;专用涂料例如工业保养涂料(industrial maintenance coating)和船舶涂料;

[0326] 典型的树脂类型包括:聚酯、醇酸树脂、丙烯酸类(acrylics)树脂、环氧树脂。

[0327] 如通常已知的,乳液含有至少两个不混溶的相,其中一个为连续相,而另一个为不连续相。另外,乳液可为具有不同粘度的液体或固体。此外,乳液的粒度可使得它们成为微乳液,且当足够小时,微乳液可为透明的。另外,还可制备乳液的乳液,且这些通常称为多重乳液。这些乳液可为:

[0328] 1) 水乳液,其中不连续相含有水,而连续相含有本发明的环氧氨基硅烷共聚物;

[0329] 2) 水乳液,其中不连续相含有本发明的环氧氨基硅烷共聚物,而连续相含有水;

[0330] 3) 非水乳液,其中不连续相含有非水羟基溶剂,而连续相含有本发明的环氧氨基硅烷共聚物;和

[0331] 4) 非水乳液,其中连续相含有非水羟基有机溶剂,而不连续相含有本发明的环氧氨基硅烷共聚物。

[0332] 含有有机硅相的非水乳液描述于美国专利 US6,060,546 和美国专利 US6,271,295 中,这些专利所公开的内容在此并入作为参考。

[0333] 本文使用的术语“非水羟基有机化合物”是指在室温例如约 25°C 和约 1 大气压时为液体的含羟基的有机化合物,示例性的有醇、二元醇、多元醇和聚二元醇及其混合物。非水有机羟基溶剂选自在室温例如约 25°C 和约 1 大气压时为液体的含羟基的有机化合物,其包括醇、二元醇、多元醇和聚二元醇及其混合物。优选地,非水羟基有机溶剂选自乙二醇、乙醇、丙醇、异丙醇、丙二醇、一缩二丙二醇、二缩三丙二醇、丁二醇、异-丁二醇、甲基丙烷二醇、甘油、山梨糖醇、聚乙二醇、聚丙二醇单烷基醚、聚氧化烯共聚物及其混合物。

[0334] 一旦获得期望的形式,无论是作为有机硅的单相、包括有机硅相的无水混合物、包括有机硅相的含水混合物、油包水乳液、水包油乳液,或者两种非水乳液的任一种或其变体。可将其共混到处理非织造织物的制剂中,从而得到增强的湿强度和其它沉积性质(deposition)及良好的感觉特性。

[0335] 纸浆和纸

[0336] 本发明的有机改性的甲硅烷基化的表面活性剂的组合物可用于纸浆和纸应用,例如纸板消泡剂和用于制浆过程中的润湿剂。此外,该有机改性的甲硅烷基化的组合物可以用于处理非织造织物的表面,从而增加湿强度。

[0337] 合成实施例

[0338] 合成聚合物 1:将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (12.44g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_9\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (19.8g) 和 2-丙醇 (10ml) 在 250 毫升烧瓶中合并。在 85°C 将该物质回流 8 小时。在 92°C 真空下通过汽提除去 2-丙醇。

[0339] 合成聚合物 2:将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (5.61g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_9\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (20.4g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{14}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (15.4g) 和 2-丙醇 (35g) 在 250 毫升烧瓶中合并。在 85°C 将该物质回流 8 小时。在 92°C 真空下通过汽提除去 2-丙醇。

[0340] 合成聚合物 3:将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (14.97g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_9\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (46.33g) 和 2-丙醇 (20g) 在 250 毫升烧瓶中合并。在 85°C 将该物质回流 12 小时。在 92°C 真空下通过汽提除去 2-丙醇。

[0341] 合成聚合物 4:将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (22.43g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_9\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (38.8g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{14}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (29.3g) 和 2-丙醇 (65g) 在 250 毫升烧瓶中合并。在 85°C 将该物质回流 4 小时。在 92°C 真空下通过汽提除去 2-丙醇。

[0342] 合成聚合物 5:将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (25.64g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_9\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (7.76g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{14}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (58.61g) 和 2-丙醇 (60g) 在 250 毫升烧瓶中合并。在 81°C 将该物质回流 6 小时。在 92°C 真空下通过汽提除去 2-丙醇。

[0343] 合成聚合物 6:将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (9.6g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_9\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (29.1g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{14}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (2.2g) 和 2-丙醇 (25g) 在 250 毫升烧瓶中合并。在 85°C 将该物质回流 8 小时。在 92°C 真空下通过汽提除去 2-丙醇。

[0344] 合成聚合物 7:将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (10.7g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{14}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (14.65g) 和 2-丙醇 (10g) 在 250 毫升烧

瓶中合并。在 85° C 将该物质回流 8 小时。在 92° C 真空下通过汽提除去 2- 丙醇。

[0345] 合成聚合物 8 : 将平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{14}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (197.04g)、氨基丙基三异丙氧基硅烷 (87.96g) 和 2- 丙醇 (15g) 在 500 毫升烧瓶中合并。将溶液加热至回流,并用磁力搅拌器搅拌。让反应保持在回流状态下,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。所得到的物质呈现暗稻草色 (dark straw color)。将该物质转移至旋转蒸发器,并于 70°C 和 4 托下汽提 2 小时,以除去 2- 丙醇。

[0346] 合成聚合物 9 : 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (6.91g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_9\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (1.94g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{O})_{11}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (19.72g) 和 2- 丙醇 (25g) 在 250 毫升烧瓶中合并。在 85° C 将该物质回流 8 小时。在 92° C 真空下通过汽提除去 2- 丙醇。

[0347] 处理物实施例 : 对于硅烷 $[\text{AB}]_n$ 处理物,可以使用各种基材作为对照物质如浴巾、纸巾、纤维素滤纸和再生纸。为了证实硅烷 $[\text{AB}]_n$ 处理物对基材性质的影响,期望使用不含过多添加剂的对照非织造物。对大多数部分,使用粗浴巾 (pert bath tissue) 作为模型基材,除非另有指出。

[0348] 硅烷 $[\text{AB}]_n$ 的溶液 : 通过将 4g 聚合物溶解在 796g 水中制备硅烷 $[\text{AB}]_n$ 的溶液。加入乙酸将 pH 调节至 4 并在施用前将溶液搅拌 1 天。按此方法制备聚合物 2、4、5、7 和 8。

[0349] 聚合物 1 的微乳液 : 将 4g 聚合物 1 和 2g Tergitol TMN6 混合。最初,滴加水并混合形成油脂 - 相。之后以恒定搅拌逐渐添加水直到总重量为 800g。使用乙酸将 pH 调节至 4。

[0350] 聚合物 3 的微乳液 : 将 4g 聚合物 1 和 2g Renex36 混合。最初,滴加水并混合形成油脂 - 相。之后以恒定搅拌逐渐添加水直到总重量为 800g。使用乙酸将 pH 调节至 4。

[0351] 聚合物 6 的微乳液 : 将 4g 聚合物 1 与 1g Lutensol T06 和 1g Lutensol T010 混合。最初,滴加水并混合形成油脂 - 相。之后以恒定搅拌逐渐添加水直到总重量为 800g。使用乙酸将 pH 调节至 4。

[0352] 聚合物 9 的微乳液 : 将 4g 聚合物 1 与 1.28g Renex36 和 0.32g Renex30 混合。最初,滴加水并混合形成油脂 - 相。之后以恒定搅拌逐渐添加水直到总重量为 800g。使用乙酸将 pH 调节至 4。

[0353] 以下是本工作中采用的一些处理程序 :

[0354] a) 浸渍处理 (Dip treatment) :

[0355] 本方法可以用于处理浴巾 (bath issue)、化妆纸 (facial tissue)、纸和纤维素滤纸、作为实例,将称重的多层粗浴巾放置在有孔不锈钢盘中,使得各层的重叠最小。在另一不锈钢盘中,放入 800g 硅烷 $[\text{AB}]_n$ 溶液 / 乳液,其中浸入该含有薄织物的有孔盘。将薄织物浸入硅烷 $[\text{AB}]_n$ 溶液达 30 分钟,之后将含有该薄织物的盘从溶液中取出,排去多余的溶液,然后将盘置于 100° C 烘箱中 2 小时。在热固化之后,将薄织物层冷却到室温并称重,得到硅烷 $[\text{AB}]_n$ 的吸收量 (uptake)

[0356] b) 喷淋法防水性处理 (Spray treatment) : 该方法可以用于浴巾、化妆纸和纸的处理。将 10ml 聚合物的溶液或微乳液装入配有喷嘴 (Qosmedix#29717) 的瓶中。用溶液喷淋 6 层粗的薄织物或 4 层化妆纸,从顶部左边开始,从左至右向下喷淋。目测观察润湿情况

并喷淋薄织物的任何干燥点。将这些层空气干燥 1 小时,然后在烘箱中在 100° C 干燥 2 小时。

[0357] 表 1 显示了用浸渍方法得到的硅烷 $[AB]_n$ 在粗浴巾上的处理物载量 (treatment loading), 表 2 显示在化妆纸和纤维素滤纸上的处理物载量:

[0358] 表 1

[0359]

处理物	处理物载量, g/m ²
[0360]	
未处理	0
聚合物 1	0.434
聚合物 2	0.434
聚合物 3	0.434
聚合物 4	0.434
聚合物 5	0.434
聚合物 6	0.434
聚合物 7	0.434
聚合物 8	0.600
聚合物 9	1.735

[0361] 表 2

[0362]

	处理物	处理物载量, g/m ²
化妆纸	未处理	0
化妆纸	聚合物 4	1.4
化妆纸	聚合物 9	1.27
纤维素滤纸	未处理	0
纤维素滤纸	聚合物 5	1.27

[0363] 纸的处理:在纸浆处理中使用硅烷 $[AB]_n$ 。使用 Arnold Grummer 造纸成套工具造纸。尺寸为 8.5 英寸 × 11 英寸、定量为 75g/m² 的白色打印纸张切成 8 片并置于含 400ml 自来水的搅拌机中。将其在搅拌机中粉碎 30 秒。将配置有细筛且内部尺寸为 5.5 英寸 × 8 英寸的手工模具置于含有 2100ml 聚合物 5 的水溶液的水浴中。最终的聚合物浓度为 0.25%。将纸浆倒入模具并用手均匀铺开。约 2-3 分钟之后将模具升高出水浴,排去多余的水,然后置于干燥的盘中。移走模具,将纸浆留在盘中的细筛上。将另一筛网置于纸浆上并用海绵除去多余的水。仔细移开这些筛网并将纸置于两张床单 (couch sheet) 之间。使用压条向下

压该床单。除去上面的床单,并缓慢将新纸张剥下,然后和放在顶上的布一起用熨斗熨烫。用游标卡尺测量纸的厚度。

[0364] 吸水性:将 10- μ L 的去离子水滴置于薄织物上测量吸水性。测量水滴吸入薄织物所需要的时间。表 3 显示了对于用硅烷 $[AB]_n$ 处理的粗的薄织物,以秒计的吸水性。

[0365] 表 3

[0366]

处理物	吸水性, s
粗的-未处理	14.3
聚合物 1	235
聚合物 2	93
聚合物 3	555
聚合物 4	>1500
聚合物 5	>900
聚合物 6	365
聚合物 7	85
聚合物 8	30.7
聚合物 9	16

[0367] 从表 3 看到,显然,根据硅氧烷和氧化乙烯单元的摩尔比,粗浴巾的表面可以制成亲水的或疏水的。最重要的是,甚至在多次润湿和干燥循环之后,该性质仍是持久的。

[0368] 吸水量:吸水量可以通过测量干燥的薄织物层浸入含去离子水的槽中约 2 秒至约 30 秒后吸收的水量来进行测量。浸泡时间取决于润湿织物的容易性。在将织物从水中取出之后,轻拍掉织物表面的水并称重织物,得到净重。表 4 示出了处理和未处理的粗的薄织物的吸水量。

[0369] 表 4

[0370]

处理物	吸水量, g/g 织物
粗的-未处理	5.8
聚合物 1	3.54
聚合物 2	4.45
聚合物 3	5.25
聚合物 4	4.73
聚合物 5	4.0
聚合物 6	3.4
聚合物 7	4.24
聚合物 8	4.73

[0371] 聚合物 9 | 3.2

[0372] 未处理的粗的薄织物的吸水量为每克薄织物 5.8 克 (g/g 织物)。由于进行了处理,吸水性可以降低低至 18.45% 且多达 45%。

[0373] 表 5 显示了处理过的化妆纸和纤维素滤纸的吸水能力。

[0374] 表 5

[0375]

	处理物	吸水量, g/g 织物
化妆纸	未处理	5.44
化妆纸	聚合物 4	4.3
化妆纸	聚合物 9	3.9
纤维素滤纸	未处理	2.2
纤维素滤纸	聚合物 5	1.9

[0376] 与粗浴巾相同,化妆纸的吸水量因硅烷 $[AB]_n$ 处理物而降低。对于用聚合物 5 处理的纤维素纸,吸水量仅下降 13.6%。

[0377] 湿撕裂强度:使用 Thwing Albert Tissue Burst Tester(EJA Vantage Series)测量处理或未处理材料的湿强度。该试验需要至少 4 英寸 × 5 英寸的样品尺寸。在薄织物的两个短尺寸处手持薄织物层并将该薄织物的中心部分浸入去离子水槽中 5 秒或者不管时间多长浸到完全浸湿为止。然后移开该薄织物,排干多余的水并置于 Burst 测试仪的夹具之间。将移动滑块(crosshead)设置到 60cm/s 的速度。该仪器测量将湿态的薄织物层/纸崩裂所需要的最大载荷。表 6 示出了粗的薄织物的湿强度。其他基材如化妆纸、滤纸和手工纸的结果示于表 7 和 8 中。

[0378] 表 6

[0379]

处理物	湿强度, gf
粗的-未处理	2.73
聚合物 1	40.45
聚合物 2	8.01
聚合物 3	31.43
聚合物 4	28.7
聚合物 5	45.63
聚合物 6	28.1
聚合物 7	8.95
[0380] 聚合物 8	14.7
聚合物 9	15.95

[0381] 正如表 6 所示,未处理的薄织物具有 2.73gf 的非常低的湿强度。使用硅烷 $[AB]_n$ 处理物后,湿强度可以提高至少 3 倍。使用聚合物 5,湿强度提高最多,为 17 倍。

[0382] 表 7

[0383]

	处理物	湿强度, gf
化妆纸	未处理	3.97
化妆纸	聚合物 4	18.3
化妆纸	聚合物 9	14.24
纤维素滤纸	未处理	147.3
纤维素滤纸	聚合物 5	267.5

[0384] 使用聚合物 4 处理,化妆纸的湿崩裂强度增加,为几乎约 5 倍。使用聚合物 5 处理,观察到纤维素滤纸的湿强度显著增加。

[0385] 表 8

[0386]

	处理物	湿强度
手工纸	未处理	127.15gf/mm
手工纸	聚合物 5	162.10gf/mm
打印纸	未处理	66.75gf
打印纸	聚合物 5	204.281gf

[0387] 对于手工纸 (hand-made paper), 考虑到厚度差异, 将峰值崩裂力除以纸的厚度。在纸浆浴中使用聚合物 5, 可以制得强度更大的纸。也可以用聚合物 5 处理市售的白色打印纸, 并且用这种后处理过的纸也获得湿强度的增加。

[0388] 小组柔软性试验: 在测量柔软性之前, 将所有薄织物样品存放在正常大气条件下至少 1 周。存放期间的温度为 22-25° C 且相对湿度为 60-70%。所有样品 (包括对照物) 经受相同的存放条件。通过主观测试柔软性评价 9 对薄织物样品, 每对含有硅烷 $[AB]_n$ 处理的薄织物和对照物。将用于评价的 8 对薄织物呈现给 8 人柔软度判断小组。每对薄织物标记为 A_x 和 B_x , 其中 A 和 B 为随机选择的标记用于处理的或未处理的薄织物, 对于每种处理聚合物, x 是从 1-8 中选择的独一无二的数字编码。建议判断者在用手测量柔软度时闭上眼睛。对于每对薄织物, 要求判断者评定柔软度等级 A 和 B。对所有的 8 个样品对均进行了评价, 每次一对。根据以下指导方针对薄织物样品划分等级:

[0389] a 如果 A 比 B 稍软, 则对 A 给予 +1 分; 如果 B 比 A 稍软, 则对 B 给予 +1 分

[0390] b) 如果 A 明确比 B 软, 则对 A 给予 +2 分; 如果 B 明确比 A 软, 则对 B 给予 +2 分

[0391] c) 如果 A 比 B 软很多, 则对 A 给予 +3 分; 如果 B 比 A 软很多, 则对 B 给予 +3 分

[0392] d. 如果 A 比 B 软很多很多, 则对 A 给予 +4 分; 如果 B 比 A 软很多很多, 则对 B 给予 +4 分

[0393] e. 如果 A 和 B 的柔软性相同, 则对 A 和 B 均给 0 分。

[0394] 在由判断获得所有样品对的等级之后, 合计各个处理过的薄织物的等级。合计相应的未处理的薄织物的等级, 然后使各个处理过的薄织物的总计等级减去相应的未处理的薄织物的合计等级。由下面的等式 1 得到最终平均等级:

[0395] 柔软性等级 = (处理过的薄织物的总等级 - 未处理的薄织物的总等级) / 8(1)。

[0396] 表 9 列出了用不同硅烷 $[AB]_n$ 处理的薄织物的平均柔软性等级。

[0397] 表 9

[0398]

处理物	柔软性等级
粗的-未处理	0
聚合物 4	2.5
聚合物 1	3.5
聚合物 8	1
聚合物 3	3.5
聚合物 5	2
聚合物 2	2
聚合物 6	2.5
聚合物 7	3
聚合物 9	3

[0399]

[0400] 如表 9 所示,使用硅烷 $[AB]_n$ 处理物之后,可以显著提高粗的薄织物的柔软性。

[0401] 其它实施例如下:

[0402] 实施例 A

[0403] 将平均结构为 $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2CH_2O)_{22}CH_2CH(O)CH_2$ 的环氧封端的聚醚 (148.28g)、氨基丙基三异丙氧基硅烷 (51.72g) 和异丙醇 (60.00g) 在 500ml 圆底烧瓶中合并。将溶液加热至回流,并用磁力搅拌器搅拌。让反应保持在回流状态下,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。所得到的物质具有暗稻草色 (dark straw color)。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃ 和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0404] 实施例 B

[0405] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (51.72g)、平均结构为 $CH_2(O)CHCH_2(OCH_2CH_2)_{7.3}OCH_2CH(O)CH_2$ 的环氧封端的聚醚 (148.28g) 和异丙醇 (60.00g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃ 和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0406] 实施例 C

[0407] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (40.3g)、平均结构为 $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{50}Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (206.12g) 和平均结构为 $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2(CH_3)CH_2O)_7CH_2CH(O)CH_2$ 的环氧封端的聚醚 (18.67g) 和异丙醇 (88.48g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 15.5 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃ 和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0408] 实施例 D

[0409] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (54.27g)、平均结构为 $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{50}-Si(CH_3)_2CH_2CH_2CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (185.70g) 和平均结构为 $CH_2(O)CHCH_2O(CH_2CH_2O)_7CH_2CH(O)CH_2$ 的环氧封端的聚醚 (49.74g) 和异丙醇 (507.39g) 在 1 升烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 16 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃ 和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0410] 实施例 E

[0411] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (53.94g)、双酚 A 二缩水甘油基醚 (46.09g) 和异丙醇 (25.01g) 在 250ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃ 和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0412] 实施例 F

[0413] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (59.22g)、1,7-二环氧辛烷 (20.40g)、平均结构为 $CH_2(O)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2Si(CH_3)_2O[Si(CH_3)_2O]_{50}Si(CH_3)_2CH_2CH_2-CH_2OCH_2CH(O)CH_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (20.41g) 和异丙醇 (25.01g) 在 250ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 16 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转

蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0414] 实施例 G

[0415] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (41.48g)、1,6-己二醇二缩水甘油基醚 (29.43g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (29.26g) 和异丙醇 (110.01g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0416] 实施例 H

[0417] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (34.07g)、氢化双酚 A 二缩水甘油基醚 (32.98g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (32.96g) 和异丙醇 (110.08g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0418] 实施例 I

[0419] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (12.94g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{25}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (87.06g) 和异丙醇 (30.0g) 在 250ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 16 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。得到的物质为澄清的稻草色液体。

[0420] 实施例 J

[0421] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (27.00g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (92.70g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_7\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (27.69g) 和异丙醇 (253.43g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 16 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0422] 实施例 K

[0423] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (11.20g)、聚丁二烯二缩水甘油基醚 ($M_w 3150\text{g/mol}$) 和异丙醇 (100.0g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 23 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。得到的物质为粘稠的澄清的稻草色液体。

[0424] 实施例 L

[0425] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (75.22g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{6.9}\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (124.81g) 和异丙醇 (60.00g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0426] 实施例 M

[0427] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (71.31g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{11.7}\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (128.69g) 和异丙醇 (60.00g) 在 500ml

烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0428] 实施例 N

[0429] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (40.34g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_5\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (9.66g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{7.7}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (50.00g) 和异丙醇 (21.01g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0430] 实施例 O

[0431] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (42.90g)、结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{OSi}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (7.11g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{7.7}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (50.02g) 和异丙醇 (20.01g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0432] 实施例 P

[0433] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (27.00g)、结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (52.14g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_9\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (48.60g) 和异丙醇 (200.00g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0434] 实施例 Q

[0435] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (27.00g)、结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (13.90g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{7.7}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (53.69g) 和异丙醇 (20.01g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0436] 实施例 R

[0437] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (71.31g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{11.7}\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (128.69g) 和异丙醇 (60.00g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0438] 实施例 S

[0439] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷 (15.02g)、结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{100}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷 (98.42g)、平均结构为

$\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{21.7}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (36.56g) 和异丙醇 (1500.01g) 在 500ml 烧瓶中合并。使物质回流,并用顶部搅拌器搅拌。继续回流 24 小时,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃ 和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0440] 实施例 T

[0441] 将平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{11.2}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (59.37g)、氨基丙基三异丙氧基硅烷 (24.38g)、氨基丙基三乙基硅烷 (16.25g) 和异丙醇 (100g) 在 500ml 圆底烧瓶中合并。将溶液加热至回流,并用磁力搅拌器搅拌。让反应保持在回流状态下,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。所得到的物质具有暗稻草色。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃ 和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0442] 实施例 U

[0443] 将平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{11.2}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (34.56g)、氨基丙基三异丙氧基硅烷 (14.75g)、油胺 (0.70g) 和异丙醇 (50g) 在 250ml 圆底烧瓶中合并。将溶液加热至回流,并用磁力搅拌器搅拌。让反应保持在回流状态下,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。所得到的物质具有暗稻草色。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃ 和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0444] 实施例 V

[0445] 将平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{11.2}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚 (34.92g)、氨基丙基三异丙氧基硅烷 (14.58g)、乙基己胺 (0.49g) 和异丙醇 (50g) 在 250ml 圆底烧瓶中合并。将溶液加热至回流,并用磁力搅拌器搅拌。让反应保持在回流状态下,直至通过滴定确定所有环氧基团被消耗。所得到的物质具有暗稻草色。将物质转移至旋转蒸发器,并于 70℃ 和 4 托下汽提 2 小时,以除去异丙醇。

[0446] 涂布应用实施例

[0447] 实施例 1-4 的基材的涂布

[0448] 使用以下方法制备合成实施例 A、B、C 和 D 的产品。将实施例 A、B、C 或 D (5g) 加入到 20g 蒸馏水中。用磁力搅拌棒混合溶液,并用乙酸中和至 pH 为 7。将所得到的配制物列在下表中。将编号为 1-4 的实施例配制物涂在清洁和干燥过的未处理过的钢板上。使用 3 密耳细丝缠绕的棒进行涂布。用棒前端将 5ml 每种配制物加入到基材中。以恒定的力和速度将该棒牵引通过基材。让涂层于室温下固化 4 天。

[0449]

	实施例配制物 1	实施例配制物 2	实施例配制物 3	实施例配制物 4
实施例 A	20%	-	-	-
实施例 B	-	20%	-	-
实施例 C	-	-	20%	-
实施例 D	-	-	-	20%
水	80%	80%	80%	80%
外观	乳状	澄清	乳状	蓝白色

[0450] 应用实施例 1 光泽度

[0451] 使用 ASTM 标准试验方法 (D4039-87) 的步骤。取 20° 和 60° 镜面光泽度,且示于

下表。涂布两个板并测量光泽度。

[0452]

	基材	固化条件	光泽度	
			20°	60°
实施例配制物 1	未处理过的钢	室温 4 天	19	45.4
实施例配制物 1	未处理过的钢	室温 4 天	14.1	35.1
实施例配制物 2	未处理过的钢	室温 4 天	10.8	21.7
实施例配制物 2	未处理过的钢	室温 4 天	11.4	22.2
实施例配制物 3	未处理过的钢	室温 4 天	23.4	47.1
实施例配制物 3	未处理过的钢	室温 4 天	24.6	50.1
实施例配制物 4	未处理过的钢	室温 4 天	14.7	38.3
实施例配制物 4	未处理过的钢	室温 4 天	15.3	38.2

[0453] 应用实施例 2 铅笔硬度

[0454] 根据铅笔试验 (ASTM D3363-74) 方法, 如下使用用于膜硬度的标准试验方法的步骤。使用各种硬度的铅笔, 将处理过的钢板进行多次划刻。结果在下表中给出。基于不会使膜破裂或划伤膜的划刻硬度或最硬的铅笔来评级。

[0455]

	基材	固化条件	铅笔硬度
实施例配制物 1	未处理过的钢	室温 4 天	3H
实施例配制物 1	未处理过的钢	室温 4 天	3H
实施例配制物 2	未处理过的钢	室温 4 天	2B
实施例配制物 2	未处理过的钢	室温 4 天	2B
实施例配制物 3	未处理过的钢	室温 4 天	3H
实施例配制物 3	未处理过的钢	室温 4 天	3H
实施例配制物 4	未处理过的钢	室温 4 天	3H
实施例配制物 4	未处理过的钢	室温 4 天	3H

[0456]

[0457] 应用实施例 3 划格法附着力试验

[0458] 通过胶带试验 (ASTM D3359-87), 使用测量附着力的标准试验方法的步骤, 评价划格法附着力性能。将实施例配制物涂在未处理过的钢上, 并于室温下固化 4 天。采用试验方法 B, 其中在膜中划刻格子图案。将胶带施用于已划刻的表面, 随后除去。通过膜的剥离和缺少部分来评价所得到的涂层。当测试所有四种实施例配制物时, 没有检测到这些缺陷。

[0459] 应用实施例 4 耐溶剂性

[0460] 采用用于测量耐甲乙酮 (MEK) 的标准试验方法 (ASTM D4752-87)。将已涂布的钢基材首先用去离子水洗涤, 然后立刻用配备有锤头和用 MEK 饱和的粗棉布的自动化装置进行攻击。将样品擦拭 15 次, 接着检查擦伤。采用 120 次来回摆动重复该擦拭过程, 并再次检查擦伤。结果示于下表。

[0461]

	基材	固化条件	耐 MEK 性
实施例配制物 1	未处理过的钢	室温 4 天	15 DR 一些擦伤
实施例配制物 1	未处理过的钢	室温 4 天	120 DR 一些擦伤
实施例配制物 2	未处理过的钢	室温 4 天	15 DR 痕量擦伤
实施例配制物 2	未处理过的钢	室温 4 天	120 DR 一些擦伤
实施例配制物 3	未处理过的钢	室温 4 天	15 DR 痕量擦伤
实施例配制物 3	未处理过的钢	室温 4 天	120 DR 一些擦伤
实施例配制物 4	未处理过的钢	室温 4 天	15 DR 一些擦伤
实施例配制物 4	未处理过的钢	室温 4 天	120 DR 一些擦伤

[0462] 应用实施例 5 耐冲击性

[0463] 使用测量有机涂层对快速形变作用的耐受力的标准试验方法（冲击，ASTM D2794-69）。该试验的总等级为 1-5。5 说明未破坏；1 为有看得见的裂纹。等级 4 说明在冲击的中心有细微的脱色或仅在圆圈边缘出现裂纹。将已涂布的钢板在涂布侧冲击（直接冲击）和在未涂布侧冲击（反向冲击）。结果如下给出。

[0464]

	直接 冲击 80 lbs	直接 冲击 10 lbs	反向 冲击 80 lbs	反向 冲击 10 lbs
实施例配制物 1	4	4	4	5
实施例配制物 2	4	4	4	5
实施例配制物 3	4	4	4	4
实施例配制物 4	4	4	4	5

[0465]

[0466] 硬表面防着色 (anti-staining) 应用的实施例

[0467] 以下实施例说明硅烷 ABn 用作防着色涂料用于保护硬表面的效用。

[0468] 制备涂料配制物的步骤

[0469] 将合成实施例 C、J、L 和 M 稀释至 20% 的含水配制物，并用乙酸中和（pH 为 7）。在该应用中测试的硬表面为赤土陶瓷 (terracotta) 和大理石（3 英寸 × 3 英寸）。通过向每片瓷片 (tile) 加入 0.5ml 配制物来处理每片瓷片的一半。随后使用涂布器将涂料刮平，使得在每片瓷片的一半上具有均匀的涂层。将瓷片于环境温度下固化过夜。对照物配方为得自 HG international 的商品硬表面密封材料 (sealer)。第二天每片瓷片滴加两滴着色溶液。着色剂列于下表。让着色剂于环境温度下在表面上停留 16 小时。接着各瓷片用湿海绵和 Dawn 餐具洗涤剂洗涤。一旦干燥，将各瓷片目视评级，并给出等级 0-10，其中 0 为未留下残余物，而 10 为深着色明显。与未处理过的瓷片相比，处理的瓷片在防止着色方面有明显的改进。

[0470] 表在各种基材上的着色结果

[0471] 赤土陶瓷

[0472]

	未处理过的	实施例 配制物 5	实施例 配制物 6	实施例 配制物 7	实施例 配制物 8	对照物 配方
低芥酸菜籽油	5.8	1.5	1.5	5.5	5.5	0.5
着色的水	0	0	1	0	0	0.5
咖啡	0.1	0	0	0.5	2	0
番茄酱	2.2	1.5	2	5	2	0.5
芥末	10	1.5	2	3	10	4
红酒	0.6	0.25	1	5	1	1
矿物油	5.4	1	1	4	5	0
Cherry Cool-Aid	0.3	0.5	1	0.5	0.5	0.5

[0473] 赤土陶瓷

[0474]

	未处理过的	实施例配制物 9N	实施例配制物 10	对照物配方
低芥酸菜籽油	7.5	2	5	0.5
着色的水	0.8	0	0	5
咖啡	1.5	6	8	0.5
番茄酱	5.5	2	1	1
芥末	9.3	2	3	9.5
红酒	1.3	3	6	1
矿物油	6.5	1.5	1.5	0.5
Cherry Cool-Aid	0.5	1	0	0

[0475] 花岗石

[0476]

	未处理过的	实施例配制物 9	实施例配制物 10	对照物配方
低芥酸菜籽油	0	0	0	0
着色的水	0	0	0	0
咖啡	0	2	5	0
番茄酱	0	0	0	2
芥末	8.8	0	0	0
红酒	5.5	7	8	0
矿物油	0	0	0	0
Cherry Cool-Aid	0	2	4	0

[0477] 大理石

[0478]

	未处理过的	实施例配制物 9	实施例配制物 10	对照物配方
低芥酸菜籽油	0	0	0	0
着色的水	2	0	0	0
咖啡	5	1	0	0
番茄酱	0	0	0	0
芥末	0.5	0	0	0
红酒	7	2	0	0
矿物油	0	0	0	0
Cherry Cool-Aid	0	2	0.5	0.5

[0479] 非织造织物应用实施例

[0480] 纺成聚丙烯 (spun polypropylene) 的处理

[0481] 根据下表制备配制物。所有配制物用乙酸中和至 pH 为 7。以 0.5% 吸液量 (add-on), 在 100% 吸液率 (pick-up) 下, 将每种实施例配制物施用于 100% 聚丙烯 (PP) 非织造面层材料 (coverstock) 100% (纺粘法聚丙烯 22g/m²)。通过浸轧法将非织造整饰剂施用于 PP 尿布面层材料, 且在 Werner Mathis AG 干燥机中的干燥条件下在 105°C 干燥 90 秒。处理后, 将 PP 尿布面层材料于环境温度下放置 24 小时, 随后进行任何物理评价。这些处理过的 PP 尿布面层材料材料用于所有非织造应用实施例。

[0482]

	实施例配制物 11	实施例配制物 12	实施例配制物 13	实施例配制物 14
实施例 C	0.5%	-	-	-
实施例 D	-	0.5%	-	-
实施例 L	-	-	0.5%	-
实施例 M	-	-	-	0.5%
水	99.5%	99.5%	99.5%	99.5%

[0483] 泄水 (run-off) 应用

[0484] 采用标准 Edana152.0-99 进行泄水实验。表中给出的是当将 0.9% 氯化钠溶液施用于一块以 25° 角保持的处理过的纺成聚丙烯时的泄水百分比。选择两组不同的处理物。实施例配制物 11 和 12 为疏水性处理, 而实施例 13 和 14 为亲水性处理。未处理过的聚丙烯片材用于比较。

[0485] 表 4 种处理过的纺成聚丙烯片材的泄水百分比

[0486]

	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次	第 6 次
实施例配制物 11	80.40%	94.40%	96.40%	84.80%	80.80%	84.04%
实施例配制物 12	91.68%	88.76%	88.72%	85.20%	87.24%	90.16%
实施例配制物 13	82.92%	39.72%	15.60%	0.00%	0.00%	4.36%
实施例配制物 14	69.84%	21.84%	58.80%	21.50%	51.12%	8.92%
未处理过的	93.80%	96.04%	95.24%	92.00%	97.84%	97.24%

[0487] 渗透 (strike through)

[0488] 采用标准 Edana 渗透时间 150.3-96 进行泄水实验。表中给出的是当将 0.9% 氯化

钠溶液施用于一块以 25° 角保持的处理过的纺成聚丙烯的泄水百分比。选择两组不同的处理物。实施例配制物 11 和 12 为疏水性处理,而实施例 13 和 14 为亲水性处理。未处理过的聚丙烯片材用于比较。

[0489]

	时间
实施例配制物 11	30.56 秒
实施例配制物 12	115.01 秒
实施例配制物 13	8.87 秒
实施例配制物 14	13.05 秒
未处理过的	245.95 秒

[0490] 流体静压试验 Inda 标准试验 IST80.4

[0491] 在处理过的聚丙烯上进行流体静压试验,以测试当将水柱放置在表面上时对水渗透的抗性。将处理过的聚丙烯夹在两片均具有 2 英寸圆孔的塑料之间。上片与带刻度的柱连接。通过以不形成涡流的速率将水引入刚好在聚丙烯材料上方的入口。将镜子放置在装置下面,将水加入到柱中。一旦形成水滴且从装置的底部流出时记录水的高度。数据示于下表。对于配制物 13 和 14 没有积累,水立即渗透并开始流动通过聚丙烯。

[0492]

	水的高度
实施例配制物 11	1.3 cm
实施例配制物 12	1.3 cm
实施例配制物 13	立即流出
实施例配制物 14	立即流出
未处理过的	1.0 cm

[0493] 迁移

[0494] 检查处理过的聚丙烯尿布面层材料的迁移效果。亲水性涂料迁移至相邻的未处理过的聚丙烯是非常不希望的。干迁移将导致最终的产品泄漏。以下步骤用于检查经涂布的聚丙烯对迁移的抗性。将未处理过的 100% 纺粘 SMS (纺粘 / 熔喷 / 纺粘) 聚丙烯网放置在经实施例配制物 13 或 14 处理的 100% 纺粘聚丙烯非织造网的下面和上面。于 50°C 将重物 (0.51lb./in²) 放置的非织造织物上 1 周以模拟储存,评价所有层的亲水性 (AATCC 试验方法 79-1995)。期望的结果是顶层和底层保持疏水性,而处理过的非织造织物保持亲水性。顶层或底层聚丙烯的亲水性的任何变化看作是迁移。每次测量时在 300 秒时终止试验。

[0495]

中间层处理	片材位置	渗透时间
实施例配制物 13	顶	>300 秒
实施例配制物 13	中	32
实施例配制物 13	底	>300 秒

实施例配制物 14	顶	>300 秒
实施例配制物 14	中	11
实施例配制物 14	底	>300 秒
未处理过的	未处理过的	>300 秒

[0496] 当使用任一种亲水性处理时未发现迁移。为了比较,使用非固化商品尿布面层材料处理物重复该过程。顶层和底层的渗透时间为 90-100 秒。显然,亲水性处理物从处理过的 PP 迁移至未处理过的 PP。

[0497] 织物应用

[0498] 配制物

[0499]

	实施例 配制物 15	实施例 配制物 16	实施例 配制物 17	实施例 配制物 18	实施例 配制物 19	实施例 配制物 20
实施例 O	0.5%	-	-	-	-	-
实施例 P	-	0.5%	-	-	-	-
实施例 R	-	-	0.5%	-	-	-
实施例 L	-	-	-	0.5%	-	-
实施例 D	-	-	-	-	0.5%	-
实施例 S	-	-	-	-	-	0.5%
水	99.5%	99.5%	99.5%	99.5%	99.5%	99.5%

[0500]

[0501] 在烧杯中将合成实施例 O、P、R 或 L 与去离子水混合,使用顶部搅拌器搅拌,随后用乙酸酸化至 pH 为 5。

[0502] 制备对照物配制物 2 的微乳液的配制物和制备步骤

[0503] 通过将 25.0g 商品聚有机硅季胺化物 (Momentive Performance Materials) 加入到装有 10.5g TDA-6 和 1.8g TDA-12 (均为由 Ethox 制造的表面活性剂) 的一次性烧杯,制备 Magnasoft Derma NT 的 20% 微乳液。使用机械搅拌器在中等速度 (约 600rpm) 下将混合物搅拌 5 分钟。单独地,将 62.0g 去离子水、0.4g 乙酸和 0.3g 乙酸钠的溶液在加料漏斗中合并。经 30 分钟逐滴加入水、乙酸和乙酸钠溶液。加入完毕后,将乳液再搅拌 10 分钟。

[0504] 为了在浸轧浴中处理,需要稀释 20% 微乳液。使用机械搅拌器,在中等搅拌 (约 600rpm) 下加入去离子水,直至在活性物质浓度为 0.5% 下所有物质已均匀分散。

[0505] 通过浸轧浴处理

[0506] 将已稀释的处理物 (0.5% 活性物质,150g) 倒入一次性烧杯中。将一块未处理过的织物称重,并记录质量。将织物在处理溶液中浸没 30 秒或直至完全润湿。将已饱和的织物通过装配有 4.5 英寸橡胶辊 (辊速度—6M/min, 辊压力—0.5 巴) 的 Werner Mathis 浸轧器。将织物再次称重,调节辊压力,直至达到 100% 吸湿率。紧接着该处理后,将布样 (swatches) 放置在 130℃ 的织物烘箱中保持 5 分钟,以干燥样品。

[0507] 织物调适

[0508] 在对处理过的和未处理过的织物进行任何物理评价之前,将布样在设定为 21℃和 65%RH 的环境室中放置最少 24 小时。

[0509] 浸湿 (wet out)

[0510] 测量所述处理增加 (疏水性) 或降低 (亲水性) 一滴水渗透织物表面所需的时间的能力。根据 AATCC 试验方法 79-1992 进行该试验。将一块处理过的或未处理过的棉编织物固定在 6 英寸刺绣环中。小心使得织物不伸长,将织物拉紧且无褶皱或皱纹。经滴管将一滴去离子水施用于织物上,并开始计时。水滴完全渗透织物时停止计时,并以秒为单位记录。对于每个织物,在不同的位置重复该过程 6 次。记录的值为这些读数的平均值,示于下表。在 600 秒时停止试验。数值为 600 秒说明该水滴不曾渗透织物表面。

[0511]

试验	实施例 配制物 15	实施例 配制物 16	实施例 配制物 17	实施例 配制物 18	对照物 配制物 2	未处理过 的
1	600	80	4	10	10	34
2	600	21	4	12	10	35
3	600	74	5	14	12	32
4	600	32	5	11	12	44
5	600	145	3	18	12	45
6	600	92	4	20	13	49
平均值	600	74	4.2	14.2	11.5	39.8

[0512] 对于疏水性处理实施例配制物 15,重复该测试。示于表中的是当棉编织物经处理并洗涤时的结果。在 1 次、3 次、5 次、10 次和 20 次洗涤后,测试织物的浸湿。即使在 20 次洗涤后织物仍保持高度疏水性。洗涤 / 干燥步骤描述于以下持久性部分。

[0513] 洗涤周期次数

[0514]

试验	1	3	5	10	20
1	600	600	600	410	125
2	600	600	600	420	118
3	600	600	600	335	92
4	600	600	600	480	130
5	600	600	600	551	95
6	600	600	600	458	116
平均值	600	600	600	442.3	112.7

[0515] 芯吸 (wicking)

[0516] 进行芯吸试验,以评价该处理增强或阻止水芯吸通过织物的程度如何。根据 ASTM D-5237 试验规程进行该试验。由不同的样品片材切割 2 英寸 × 7 英寸处理过的或未处理过的织物条。织物的一端在距边缘约 15mm 处用铅笔线标记。将 2 个标准金属纸夹固定在这条线和样品边缘之间。织物的另一端用具有大 (#100) 粘合剂夹的支架固定。在装有着色水的烧杯中,将织物浸没到铅笔线处。6 分钟后,将织物样品从水中移除,用尺子测量从铅笔线到芯吸的水的最终位置的距离,并以毫米为单位记录。重复该步骤 4 次,将测量结果取平均,在下表中给出。

[0517]

试验	实施例 配制物 15	实施例 配制物 16	实施例 配制物 19	未处理过的	对照物 配制物 2
1	15.39	76.07	0	42	73.2
2	15.95	74.5	0	40.7	73.3
3	12.86	72.37	0	36.4	71.9
4	13.15	74.1	0	43	72.8
5	12.54	72.85	0	38.9	70.3
6	13.53	71.67	0	39.8	71.2
平均值	13.9	73.6	0	40.2	72.1

[0518] 持久性（机器洗涤 / 干燥）

[0519] 持久性研究检查在反复洗涤和干燥后在棉编织织物上的处理物保持多久。将处理过的 11 英寸 × 11 英寸的织物布样放置在顶装式 (top loader) 洗衣机中。该机器设定为加入 19 加仑水且温度为 87° F 和洗涤时间为 12 分钟的定期洗涤周期。使用的洗涤剂为 60g AATCC 标准参考洗涤剂。一旦已洗涤, 将织物布样放置在设定为定时干燥的前装式 (front loader) 干燥机中高热干燥 30 分钟。以下表所示的给定的洗涤 / 干燥周期次数重复该过程。随后将织物样品暴露于 BF_3 吸收剂 (digestion), 使用 GC 测量有机硅含量。记录的数值为, 对于亲水性处理在一定的洗涤次数后余下的有机硅百分比。

[0520]

周期	对照物配制物 2	实施例配制物 19
0	100%	100%
1	49%	89%
3	35%	无数据
5	31%	117%
10	23%	78%
20	无数据	72%

[0521] 使用实施例配制物 19 对 50/50 聚酯棉混纺物、涤纶和尼龙重复该测试。在对聚酯 / 棉混纺物 20 次洗涤后, 处理物未被除去。处理过的涤纶和尼龙的有机硅含量下降。

[0522]

	0	1	5	10	20
聚酯/棉混纺物 50/50	100%	77%	118%	123%	114%
涤纶	100%	20%	9%	4%	1%
尼龙	100%	19%	36%	15%	22%

[0523] 喷淋法防水性试验 (Spray Test)

[0525] 进行关于持久性的另一可选的试验。根据 AATCC 试验方法 22-1989 进行喷淋法防水性试验。采用在以上持久性部分中与 1 次、3 次、5 次、10 次和 20 次洗涤 / 干燥周期中所述的相同方式洗涤处理过的棉编织织物。将织物固定在 6 英寸刺绣环。小心使得织物不伸长, 而是将织物拉紧且无褶皱或皱纹。将组件放置在喷淋法防水性试验装置上, 该装置由置于大漏斗和喷淋头之下以 45° 角设定的夹具保持的支架组成。将 250ml 去离子水通过漏斗和喷淋头倾泻在试样上。将样品 / 环移除, 将其外观与喷淋法防水性试验等级标准物进行比较, 目视评级为 0-100。对照物样品为未处理过的一块棉编织物。结果示于下表。121-113 的高数值说明即使在 20 次洗涤后表面仍保持为疏水性。

[0526]

洗涤周期	对照物配制物 2	实施例配制物 19	未处理过的
0	75	100	0
1	50	100	0
3	10	95	0
5	0	90	0
10	0	80	0
20	0	80	0

[0527] 手感（柔软 / 蓬松 / 光滑）

[0528] 指定 5 人小组来确定处理物赋予棉编织织物的柔软度和蓬松度。要求测试小组对织物的柔软度从 1 到 10 定级。未处理过的织物布样用于表示级别 1。数值高说明非常柔软和感觉愉悦。与未处理过的对照物相比，大多数测试的配制物性能良好。

	处理	等级
	未处理过的	1
	对照物配制物 2	7.7
[0529]	实施例配制物 18	1
	实施例配制物 20	7.3
	实施例配制物 15	6.4
	实施例配制物 19	6.9

[0530] 前述实施例仅是对本发明的说明，用于说明本发明的仅一些特征。所附权利要求意图要求保护已经想到的尽可能宽的本发明，所述的本申请的实施例说明从各种各样所有可能的实施方式中选定的实施方式。因此，申请人的意图是，所附权利要求不被所选择的用于说明本发明的特征的实施例所限制。权利要求中所用的措辞“包括”和它语法上的变体逻辑上也意指和包括各种程度的措辞，例如，但不限于，“基本上由……组成”和“由……组成”。必要的时候，已经提供了范围；那些范围包括它们之间所有的子范围。这种范围可看作由不同的成对的数字界限组成的一个马库什组或多个马库什组，所述的一个马库什组或多个马库什组完全由它的下限和上限所限定，以正常的方式从下限至上限在数字上增加。期望本领域技术人员应该能够想到这些范围的变化，如果没有奉献给公众，这些变化也应该尽可能地理解为被所附权利要求所覆盖。也期望的是，科技进步将使得目前由于语言的不精确性的原因而没有想到的等价替换变得可能，这些变体也应该尽可能地理解为被所附权利要求所覆盖。本申请所参考的所有美国专利（和专利申请）的全部内容都在此处通过参考并入本申请，就好像它们全文记载在本申请中一样。

[0531] 尽管出于说明的目的，以相当可观的细节公开了本发明的前述实施方案，但本领域的技术人员将会认识到，这些细节可以改变而不偏离本发明的精神和范围。