

公告本

申請日期	2000, 11, 15
案 號	89124140
類 別	co9D183/08, co8G 77/00

A4

C4

593604

TP14108

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	三胺基及氟烷基 - 官能性有機矽氧烷
	英 文	TRIAMINO-AND FLUOROALKYL-FUNCTIONAL ORGANOSILOXANES
二、發明 人	姓 名	1. 彼德珍克勒 (Dr. Peter Jenkner) 4. 麥克霍恩 (Dr. Michael Horn) 2. 伯克哈德史坦狄克 (Dr. Burkhard Standke) 3. 夏洛羅蒙克威茲 (Dr. Jaroslaw Monkiewicz)
	國 籍	1. 德國 2. - 4. 皆屬德國
	住、居所	1. 德國 D-79618 萊茵芬登弗瑞德里奇艾伯特街 8/22 2. 德國 D-79540 洛林克莉絲瓊街 25 號 3. 德國 D-79618 萊茵芬登伯斯特街 2a 4. 德國 D-79618 萊茵芬登梅森雷恩 11
三、申請人	姓 名 (名稱)	德固薩哈爾斯股份有限公司 (Degussa-Hüls Aktiengesellschaft)
	國 籍	德國
	住、居所 (事務所)	德國 D60311 法蘭克福維森非耳街 9 號
	代 表 人 姓 名	艾克雷莫斯 (Eike Ramus) 漢斯喬耶慶史瓦德菲格 (Hans-Joachim Schwerdtfeger)

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6
B6

本案已向：

德 國 (地 區) 申 請 專 利 ， 申 請 日 期 ： 案 號 ： ， ☒ 有 ☐ 無 主 張 優 先 權

1999年11月15日 199 55 047.6

有 關 微 生 物 已 寄 存 於 ： ， 寄 存 日 期 ： ， 寄 存 號 碼 ：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明 (1)

[發明說明]

本發明係關於新的三胺基和氟烷基-官能性有機矽氧烷。本發明更進一步係關於包括彼等對應的有機矽氧烷之組成物之製備方法及其用法。

特定言之，本發明係關於組成物，其包括至少一種胺烷基及含有羥基及/或烷氧基之氟烷基-官能性有機矽氧烷，水，如適度的酒精含量及如適度的酸含量。於本專利的申請範圍中，有機矽氧烷含有羥基及/或烷氧基而且包含於水溶液的組成物中，根據對於化學品的了解，可以了解這些化合物為完全或部分被水解，也就是說於達成平衡的含量中可包含羥基及/或烷氧基。

長期以來就已經知道製備氟烷基烷氧基矽烷或類似的聚縮合物是把它們做為疏水劑或疏油劑使用(例如 DE-C 834 002, US 3 013 066, GB 935 380, DE-A 31 00 555, EP 0 382 557 A1, EP 0 493 747 B1, EP 0 587 667 B1 及 DE-A 195 44 763)。

氟烷基烷氧基矽烷通常不能以濃縮型式使用，因為該產品非常昂貴。除此之外，氟烷基烷氧基矽烷不溶於水。

使用有機溶劑或其他的乳化劑以獲得安定性足夠地氟烷基-官能性矽烷溶液或配方及類似的共凝結液(例如 DE-A 34 47 636, DE-C 36 13 384, WO 95/23830, WO 95/23804, WO 96/06895, WO 97/23432, 及 EP 0 846 716 A1)。

含溶劑與乳化劑的配方及具高含量烷氧基之有機矽氧烷的缺點，實際上是此系統不利於生態和工作場所安全

五、發明說明 (2)

。因而努力的逐步製造揮發性有機化合物(縮寫為"VOC")儘可能達最低含量的水性系統。

含氮及胺烷基及氟烷基-官能性有機矽氧烷已知悉的水溶性成分中，除了乳化劑及無界面活性劑組成物之外，實際上無烷氧基，適用於作為表面的水，油及污垢之排斥劑(DE-A 15 18 551, EP 0 738 771 A1及EP 0 846 717 A1)。

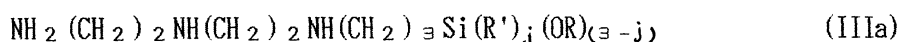
相當高含量的胺烷基必須一直使用於所提及的水性系統中是為了確保在水中佳的溶解度。另一方面，高含量的胺烷基為反效果，這是由於其有親水性性質及因此的反作用效果使得系統盡可能影響疏水性性質。

本發明的目標是基於更進一步的提供水溶性胺烷基及氟烷基官能性有機矽氧烷。本發明特別重要的是提供的有機矽氧烷中氟烷基數量相對於胺烷基數量儘可能達最大比值。

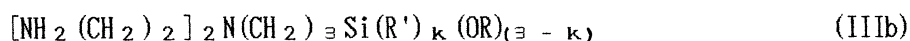
根據本發明敘述達成的目標與專利申請範圍的說明一致。

目前很訝異的發現組成物為低黏度，換言之較佳地是小於100mPas，通常為清澈至淡乳白色，組成物以水稀釋後儲存數個月仍呈現顯著的穩定性，而且包括至少一種水溶性、含羟基及/或烷氧基之具有三胺基及氟烷基官能性有機矽氧烷或類似的有機矽氧烷混合物，水，如適度酒精含量及如適當酸含量，藉以獲得i)混合至少一種通式IIIa之胺烷基烷氧基矽烷

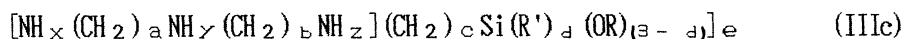
五、發明說明 (3)



其中 R 和 R' 為相同或相異，而且為具有 1 至 4 個碳原子的直鏈或支鏈烷基，j 為 0 或是 1，及 / 或通式 IIIb

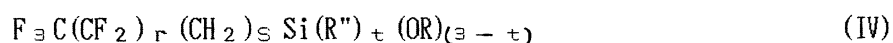


其中 R 和 R' 為相同或相異，而且為具有 1 至 4 個碳原子的直鏈或支鏈烷基，k 為 0 或是 1，及 / 或通式 IIIc 之 "雙產物" 或 "雙產物" 混合物



其中 R 和 R' 為相同或相異，而且為具有 1 至 4 個碳原子的直鏈或支鏈烷基，a 為 1 至 6 的整數，b 為 1, 2, 3, 4, 5 或 6，c 為 1, 2, 3 或 4，d 為 0 或 1，e 為 1, 2, 3, 4 或 5，x 為 0 或 1 或 2，y 為 0 或 1，z 為 0 或 1 或 2，但是 $(x+y+z) \leq 4$ ，而 e 在 $(x+y+z)=0$ 之情況下係假定其數值為 5，若 $(x+y+z)=1$ 時 $e=4$ ，若 $(x+y+z)=2$ 時 $e=3$ ，若 $(x+y+z)=3$ 時 $e=2$ ，在 $(x+y+z)=4$ 之狀況下 $e=1$ ，

ii) 至少一種通式 IV 之氟烷基烷氧基矽烷



其中 r 為 0 至 18 的整數，s 為 0 或 2 及 t 為 0 或 1，且 R 和 R''

五、發明說明 ()

4

為相同或不同之具有 1 至 4 個碳原子的直鏈或支鏈的烷基，

若適度的加入酒精，水及 / 或水 / 酒精混合物，及若適度的加入催化劑，使得成分間發生反應或反應在成分間進行，也就是說若適度的使成分預水解，水解成分及提出成分進行共濃縮，酒精完全或部分被移除，也就是說適度的降低酒精殘餘量使低至 5 重量 % 以下，而且藉添加無機或有機酸以適度的調整生成的產品混合物之 pH 值小於 12。此組成物適宜的 pH 值為小於 11。

根據本發明的組成物並且影響類似礦物表面處理的液體排斥性質更進一步的改善 - 使用親水性和疏水性兩種標準試驗液體 (試驗依照杜邦公司的 "Teflon® 規範的試驗工具")。參考本發明後面的實例。

特別言之，根據化學式 IIIb 或化學式 IIIc 藉各別的 N-[N'-(2-胺乙基)-2-胺乙基]-3-胺丙基三烷氧基矽烷或胺烷基烷氧基矽烷對於根據化學式 IV 之氟烷基烷氧基矽烷之起始物質莫耳比為 $1:\leq 3.5$ ，較佳的為 1:3 至 1:0.5，更佳的為 1:3 至 1:1，最佳的為 1:3 至 1:2，根據本發明特別高的氟烷基含量會呈現水溶性共凝結液。

根據本發明的組成物適用於以水作各種比例的稀釋。在完全水解系統的實例中，通常沒有額外水解的酒精在此形成。一般而言，根據本發明之組成物及稀釋系統儲存超過 6 個月以上仍然很安定。

本發明係關於組成物其包括至少一種含有羥基及 / 或

五、發明說明 (5)

烷氧基之有機矽氧烷及水，其中有機矽氧烷至少帶有一種化學式 I 之三胺基

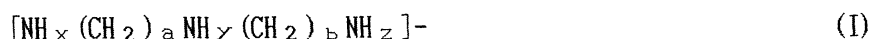


其中與三胺基的鍵結中至少有一矽原子是經由至少一較遠且與含 1 至 4 個碳原子的伸烷基鍵結的氮，a 和 b 為 1 至 6 的相同或相異整數，x 為 0 或 1 或 2，y 為 0 或 1，z 為 0 或 1 或 2，但是 $(x+y+z) \leq 4$ ，以及具有至少一種通式 IISi-C 鍵之氟烷基



其中 r 為 0 至 18 的整數，s 為 0 或 2。

本發明亦關於至少含有一種化學式 I 三胺基之有機矽氧烷



其中與三胺基的鍵結中至少有一矽原子是經由至少一較遠與含 1 至 4 個碳原子的伸烷基鍵結的氮，a 和 b 為 1 至 6 的相同或相異整數，x 為 0 或 1 或 2，y 為 0 或 1，z 為 0 或 1 或 2，但是 $(x+y+z) \leq 4$ ，以及具有至少一種通式 IISi-C 鍵之氟烷基



其中 r 為 0 至 18 的整數，s 為 0 或 2。

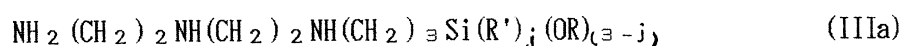
五、發明說明(⁶)

根據本發明之有機矽氧烷，一般而言是基於專家熟悉所謂之[M]，[D]及[T]的結構單元，也有可能是低聚合或高聚合的有機矽氧烷之聚集。

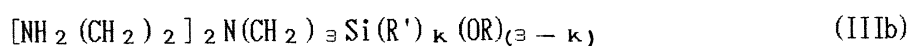
除了根據本發明的官能基，此有機矽氧烷通常帶有羥基及/或烷氧基作為另外的官能基。出現的羥基及烷氧基通常是經由製備時添加的水量及酒精的完全移除來控制。也就是說，根據本發明之有機矽氧烷亦包含帶有1至16個碳原子的烷基作為另外的官能基。

特別言之，根據本發明以水稀釋有機矽氧烷為明顯的方法。低黏度，微乳白色的液體通常在此例中獲得。然而，根據本發明的有機矽氧烷亦能溶解於酒精或混合至水溶性乳液中。

本發明更進一步係關於製備含有機矽氧烷組成物的方法，其包括i)至少混合一種通式IIIa的胺烷基烷氧基矽烷



其中R和R'為相同或相異，而且為具有1至4個碳原子的直鏈或支鏈烷基，j為0或是1，
及/或通式IIIb

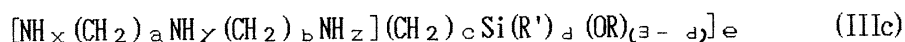


其中R和R'為相同或相異，而且為具有1至4個碳原子

五、發明說明 (7)

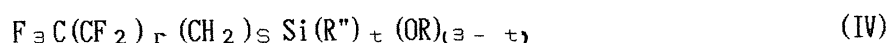
的直鏈或支鏈烷基，k為0或是1，

及 / 或通式 IIIc 之 "雙產物" 或 "雙產物" 混合物



其中 R 和 R' 為相同或相異，而且為具有 1 至 4 個碳原子的直鏈或支鏈烷基，a 為 1 至 6 的整數，b 為 1, 2, 3, 4, 5 或 6，c 為 1, 2, 3 或 4，d 為 0 或 1，e 為 1, 2, 3, 4 或 5，x 為 0 或 1 或 2，y 為 0 或 1，z 為 0 或 1 或 2，但是 $(x+y+z) \leq 4$ ，而 e 在 $(x+y+z)=0$ 之情況下假定其數值為 5，若 $(x+y+z)=1$ 時 e=4，若 $(x+y+z)=2$ 時 e=3，若 $(x+y+z)=3$ 時 e=2，在 $(x+y+z)=4$ 之狀況下 e=1，

ii) 至少有一種通式 IV 之氟烷基烷氧基矽烷



其中 r 為 0 至 18 的整數，s 為 0 或 2 及 t 為 0 或 1，且 R 和 R'' 為相同或不同之具有 1 至 4 個碳原子的直鏈或支鏈的烷基，

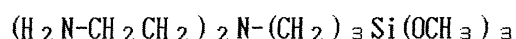
添加水或水 / 酒精混合物及，如適宜的催化劑，使得成分發生反應並完全或部份移除酒精。產物混合物的獲得最好藉添加無機或有機酸調整 pH 值使小於 12。在此 pH 值最好調整到 4 至 7。

此外本發明係關於組成物其獲得是根據本發明的方法。根據本發明，發明亦關於三胺基及氟烷基-官能性有機矽烷，特別言之其混合物，其獲得是根據本發明的方法。

五、發明說明 ()

根據本發明的方法中，較佳的使用成分是 i) 根據化學式 IIIa 之 N-[N'-(2-胺乙基)-2-胺乙基]-3-胺丙基三甲氧基矽烷 (DYNASYLAN® TRIAMO)。

實例將會提及根據化學式 IIIb 的成分



"雙產物"在本發明的上下文中可以了解其意義為這些化合物能從通式 IIIc 看到，因此實例中的化學式為



然而，根據本發明的方法亦使用三胺烷基-官能性烷氧基矽烷混合物。

根據本發明的方法中，使用十三氟-1,1,2,2-四羥辛基三甲氧基矽烷或十三氟-1,1,2,2-四羥辛基三乙氧基矽烷 (DYNASYLAN® F8261) 做為通式 IV 的氟烷基烷氧基矽烷較佳。然而，數種氟烷基烷氧基矽烷的混合物亦能使用。

根據本發明的方法中，烷氧基矽烷在此較佳的是使用甲氧基矽烷或乙氧基矽烷。若在方法中添加酒精，通常使用甲醇或乙醇。

質子酸或質子酸的混合物特定言之適宜作為催化劑。

五、發明說明 (9)

如此，根據本發明在實例中的方法能使用甲酸，乙酸和鹽酸。根據本發明所提及的酸更進一步的亦能用於建立組成物的 pH 值。

根據本發明的方法，i) 至少一種根據通式 IIIa 至 IIIc 之三胺基矽烷及 ii) 至少一種根據通式 IV 之氟烷基矽氧烷，其使用時之莫耳比為 $i/ii \geq 0.29$ ，較佳是 0.3 至 2，更佳是 0.33 至 0.5。

根據本發明於水溶液中的有機矽氧烷之濃度更進一步適於調整活性化合物含量小於 50 重量%。活性化合物含量大於 50 重量%會導致凝膠形成或嚴重的濁度化。

特別言之，根據本發明之組成物中有機矽氧烷的含量為 0.005 至 40 重量%，較佳為 0.01 至 20 重量%，更佳為 0.05 至 15 重量%，最佳為 0.1 至 5 重量%。

根據本發明的方法通常要進行如通式 IIIa 至 IIIc 之胺烷基烷氧基矽烷及通式 IV 的氟烷基烷氧基矽烷的混合 - 如添加適度的酒精 - 而且成分一起被水解並提出做共濃縮，而酒精包括水解的酒精則以蒸餾方式移除。烷氧基矽烷的混合會發生的溫度範圍介於使用之矽烷的凝固點和沸點之間。通常，過量的水被添加至矽烷的混合物中以進行水解。經基 - 官能性有機矽氧烷通常由這個步驟獲得。然而，水解或共濃縮亦能以化學計量的水量或不足的化學計量水量進行。若在反應中使用每莫耳矽化合物時限制添加少於 3 莫耳的水量，根據本發明能製備大量地含烷氧基的有機矽氧烷。根據本發明有機矽氧烷通

五、發明說明(¹⁰)

常在反應時獲得混合物。

根據本發明反應通常進行的溫度範圍從0至100℃。根據本發明的反應適宜進行的pH值為4至12。水解發生的較佳溫度為小於100℃，更佳為小於90℃，最佳為小於60℃。實例中通常藉攪拌以確定良好的完全混合。在此說明的反應能更進一步的在催化劑存在時進行。

通常，根據本發明的方法中酒精或水解酒精是以蒸餾移除，蒸餾較佳的進行溫度為小於90℃，更佳為小於60℃而且適度的減低壓力-因為要保護產品。組成物中的酒精含量在此適度地降低至小於5重量%，較佳為小於1重量%，更佳為小於0.5重量%。

蒸餾能便利地以蒸餾塔進行且能夠持續至塔頂沒有更進一步的偵測出酒精為止，欲得到的產物在塔底部獲得且能更進一步的混合，如適度的...，如有懸浮物質發生，可藉助過濾，沉積，離心或類似的標準方法從產物中移除。

根據本發明的組成物能使用自50%的濃溶液或稀釋溶液。實例中使用水為稀釋劑。原則上，根據本發明的組成物亦能以類似的酒精稀釋。

根據本發明的實例，本發明亦關於組成物其包括有機矽氧烷-但不是唯一地，其使用適用於疏水性及/或疏油性表面，適用於"防止塗鴉"的應用，適用於"容易清潔"的應用-被提及的僅有少數。

根據本發明的組成物，使用組成物呈現的特性適用於

五、發明說明(¹¹)

疏水性及 / 或疏油性界面之組成物或存在於該組成物中，當作建築物防護組成物，當作適用於混凝土的處理，自然產生的礦物質及上釉或無釉陶瓷產品之組成物及存在於該組成物中，當作適用於表面處理的配方中之添加劑、"抗塗鴉"的用途及在適用於"抗塗鴉"用途之組成物中，適用於"容易清潔"的用途及在適用於"容易清潔"用途之組成物中，當作水溶性黏著劑的促進劑，當作塗料系統中的成分及抗腐蝕性組成物，適用於表面的除蟲處理，適用於木材的處理，適用於皮革，皮革產品及毛皮製品的處理，適用於玻璃表面的處理，適用於玻璃平板的處理，適用於塑膠表面的處理，適用於製藥及化妝用產品的製備，適用於玻璃與礦物表面及玻璃與礦物纖維表面的修補，適用於人造石的製造，適用於廢水處理，適用於表面修補及顏料處理，及當作油漆及塗裝中的成分。

本發明藉下面的實例做更詳細的說明。

實例 1

製備 DYNASYLAN[®] TRIMO 與 DYNASYLAN[®] F8261 之莫耳比為 1:3 的水溶性凝結液

裝置：

具有蒸餾裝置，內溫度計，計量裝置的可加熱攪拌的反應器

數量說明：

五、發明說明 (¹²)

啟始物質

w(DYNASYLAN® TRIMOM)	=26.5克	0.1莫耳
w(DYNASYLAN® F8261)	=153.0克	0.3莫耳
w(乙醇)	=60.0克	
w(水)	=60.0克	1.5莫耳 / 磅莫耳
		(預水解)
w(甲酸)	=16.3克	0.3莫耳 /
		(Biestersfeld, 85%)
w(水)	=860.0克	
最終重量		
w(餾出液)	=113.0克	
w(產物)	=1020.0克	

步驟：

取 26.5 克的 TRIAMO, 153.0 克的 F8261 及 60 克的乙醇於反應開始時置入反應槽, 於回流 (約 80℃) 之下攪拌 2 小時。然後於約 50℃ 時計量預水解的水。反應混合物於回流 (約 78℃) 之下水解 8 小時。其後, 於約 50℃ 稱取 16.3 克甲酸 (85%) 及 860 克水加入反應槽。其後, 呈現有輕微地雲霧狀產物。

水解形成的酒精及 60 克添加的乙醇於真空下以蒸餾法移除。

壓力： 160-130 mbar

內部溫度： 48-50℃

以 29-Si-NMR 分析儀分析產物給予：

五、發明說明 (¹³)

- 12.9 莫耳 % 的 矽 - 單體矽烷 (三胺基官能基) 及 M 結構
(三胺基官能基)
- 9.2 莫耳 % 的 矽 - M 結構 (氟烷基官能基) 及 D 結構
(三胺基官能基)
- 68.1 莫耳 % 的 矽 - D 結構 (氟烷基官能基) 及 T 結構
(三胺基官能基)

平均顆粒大小 D_{50} (雷射光散射) 更進一步的測得為
0.0374 微米。

實例 2

將實例 1 的產物以水稀釋使氟烷基三烷氧基矽烷最初
地使用濃度為

- a) 1%
- b) 0.1%
- c) 0.05%

關於比較 EP 0 846 716 A2 敘述的共凝結液是由胺丙
基三乙氧基矽烷及 DYNASYLAN[®] F8261 製備，比較 EP 0
846 716 A2 之中的實例 2，是以水稀釋得到相同含量的
氟矽烷：溶液 d), e), f)。

在多孔礦物基質的試驗：

將邊長約 10 公分的石灰砂石試驗標本浸漬於上述每一
實例的溶液中 10 秒。於空氣中乾燥約 1 小時後，試驗標
本分別以水及礦油 (Kaydol CAS 8012-95-1) 試驗比較它
們關於液體排斥劑性質。

於全部的實例 (a-f) 中液體排斥劑的性質關於水是最

五、發明說明 (¹⁴)

佳的。然而，滾離角度（即引起水滴滾離所需要的傾斜角來定義角度-視測試驗：較小的滾離角有較佳的液體排斥劑性質）對於a), b)及c)明顯地小於（所謂的優於）比較的類似溶液d), e)及f)。關於疏油性的差異變成特別地明確。將一滴礦油 (Kaydol) 塗於試驗標本的表面，經過30秒的作用時間後對於實例a)及b)沒有遺留任何污斑，於實施c)觀察到有輕微的污斑形成，其代表油開始穿透多孔礦物試驗標本。對於實例d)，經過之後相同的步驟觀察到有輕微的污斑形成，而實例e)及f)分別有嚴重的污斑形成，觀察到油滴幾乎完全被吸收。

結果：根據本發明的配方相較於根據先前技術的相當產品，製造出在多孔礦物基質上有較佳的疏水性及疏油性的產品。

在玻璃上試驗

顯微鏡的玻璃載玻片（約76×26毫米，清潔後使用，Menzel-Gläser，文獻編號01 1101）於溶液a)或d)的實例中浸漬約1分鐘。乾燥之後，關於水的靜態接觸角是根據DIN EN 828確定。

經溶液a)處理的玻璃板顯示的接觸角為104°，而經溶液d)處理的玻璃板顯示的接觸角為87°。未經處理的玻璃板顯示的接觸角為小於30°。

根據本發明實例1的產物因此在平坦表面（玻璃）比根據先前技術的相當產品亦有較佳的液體排斥劑特性。

實例3

五、發明說明 (¹⁵)

製備 DYNASYLAN[®] TRIAMO, DYNASYLAN[®] F8261 及十六基三甲氧基矽烷 (DYNASYLAN[®] 9116) 之莫耳比為 1:2:1 的水溶性凝結液

裝置：

具有蒸餾裝置，內溫度計，計量裝置的可加熱攪拌的反應器

數量說明：

啟始物質

w(DYNASYLAN [®] TRIAMO)	=5.3 克	0.02 莫耳
w(DYNASYLAN [®] F8261)	=20.4 克	0.04 莫耳
w(DYNASYLAN [®] 9116)	=3.5 克	0.02 莫耳
w(乙醇)	=12.0 克	
w(水)	=2.16 克	
w(甲酸)	=3.2 克	0.3 莫耳
		(Biesterfeld, 85%)
w(水)	=170.0 克	
最終重量		
w(餾出液)	=97.7 克	
w(產物)	=118.5 克	

步驟：

TRIAMO, F 8261 及乙醇在一開始時一起置入反應槽中，於回流 (約 80℃) 之下攪拌 2 小時。然後於約 50℃ 時計量預水解的水。反應混合物於回流 (約 78℃) 之下水解 8 小時。其後，於約 50℃ 稱取甲酸 (85%) 及剩餘的水加入

五、發明說明 (¹⁶)

反應槽。其後，呈現有輕微地雲霧狀產物。

水解形成的酒精及添加的乙醇於真空下以蒸餾法移除。

壓力：160-130mbar

內部溫度：48-50℃

產生的產物呈現輕微地雲霧狀且與水完全互溶。

93.33克的水添加於6.67克的產物中並將此混合物應用於石灰砂石表面。乾燥之後，能觀察到液體排斥劑關於水之特優性質。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

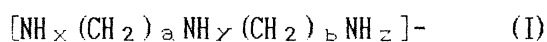
訂

線

四、中文發明摘要 (發明之名稱：)

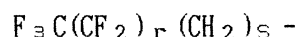
三胺基及氟烷基 - 官能性有機矽氧烷

本發明係關於有機矽氧烷，其具有至少一種通式 I 的
三胺基



其至少鏈結於一矽原子是經由至少一鏈結於氮上含有
1至4個碳原子的伸烷基，a和b為1至6的相同或相異整數
，x為0或1或2，z為0或1或2，但是 $(x+y+z) \leq 4$ ，

以及具有至少一種通式 II Si-C 鍵之氟烷基



其中r為0至18的整數且s為0或2。

此有機矽氧烷及含有有機矽氧烷的組成物之獲得係藉混
合至少一種類似的三胺烷氧基矽烷和至少一種氟烷基 -
官能性烷氧基矽烷，水解這些成分並使其共縮合，而且
部份或完全移除酒精，包括水解的酒精。

根據本發明之組成物包含有機矽氧烷，本發明亦關於
它們製備的方法及它們的使用。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

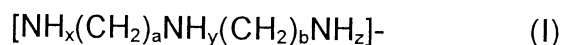
線

英文發明摘要 (發明之名稱：

)

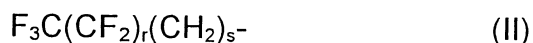
Triamino- and fluoroalkyl-functional organosiloxanes

The present invention relates to organosiloxanes which contain at least one triamino group of the formula I



where this is bonded to at least one silicon atom via at least one N-bonded alkylene group having 1 to 4 C atoms, a and b are identical or different and are an integer from 1 to 6, x is 0 or 1 or 2, y is 0 or 1, z is 0 or 1 or 2, and with the proviso that $(x+y+z) \leq 4$,

and at least one Si-C-bonded fluoroalkyl group of the formula II



in which r is an integer from 0 to 18 and s is 0 or 2.

Such organosiloxanes and organosiloxane-containing compositions are obtainable by mixing at least one corresponding triaminoalkoxysilane and at least one fluoroalkyl-functional alkoxysilane, hydrolyzing the components and subjecting them to cocondensation, and partly or completely removing the alcohol, including the hydrolysis alcohol.

The invention also relates to a process for their preparation, their use, and compositions which comprise the organosiloxanes according to the invention.

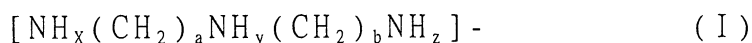
六、申請專利範圍

第 89124140 號「三胺及氟烷基-官能性有機矽氧烷」專利案

(92 年 7 月 16 日修正)

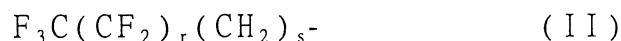
六 申請專利範圍：

1. 一種有機矽氧烷，其具有通式 I 之三胺基



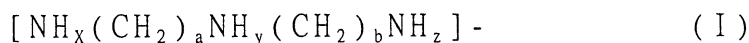
其中與三胺基的鍵結的矽原子是經由含 1 至 4 個碳原子的伸烷基鍵結的氮，a 和 b 為同或相異且為自 1 至 6 的整數，x 為 0 或 1 或 2，y 為 0 或 1，z 為 0 或 1 或 2，但是 $0 \leq (x+y+z) \leq 4$ ，

以及具有通式 IISi-C 鍵之氟烷基



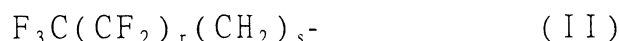
其中 r 為 0 至 18 的整數且 s 為 0 或 2。

2. 一種組成物，其具有介於 4 到 12 間的 pH 值，並包括 0.005 至 50 重量%之含羥基及 / 或烷氧基之有機矽氧烷及水，其中有機矽氧烷帶有通式 I 之三胺基



其中此通式 (I) 係經由含 1 至 4 個碳原子之伸烷基之氮鍵，而與矽原子鍵結；a 和 b 為自 1 至 6 的相同或相異之整數，x 為 0 或 1 或 2，y 為 0 或 1；z 為 0 或 1 或 2，但是 $0 \leq (x+y+z) \leq 4$ ，

以及具有至少一種通式 IISi-C 鍵之氟烷基



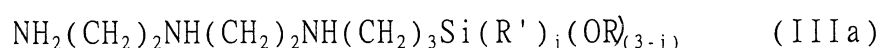
其中 r 為 0 至 18 的整數且 s 為 0 或 2，

六、申請專利範圍

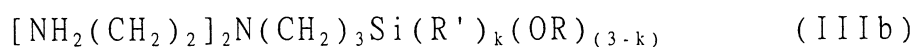
其中依照有機矽氧烷及 / 或有機矽氧烷混合物之通式 I 及 II, 其官能基之莫耳比為 ≥ 0.29 。

3. 如申請專利範圍第 2 項中之組成物, 基於組成物計, 其中有機矽氧烷含量為 0.005 至 40 重量%。
4. 如申請專利範圍第 2 項之組成物, 其 pH 值係小於 11。
5. 如申請專利範圍第 2 至 4 項中任一項之組成物, 其酒精含量係小於 5 重量%。
6. 一種製備 有機矽氧烷組成物之方法, 其係含有如申請專利範圍第 2 至 5 項中任一項之組成物, 包括混合

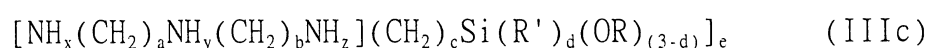
i) 通式 IIIa 的胺烷基烷氧基矽烷



其中 R 和 R' 為相同或相異, 而且為具有 1 至 4 個碳原子之直鏈或支鏈烷基, j 為 0 或是 1, 及 / 或通式 IIIb



其中 R 和 R' 為相同或相異, 而且為具有 1 至 4 個碳原子之直鏈或支鏈烷基, k 為 0 或是 1, 及 / 或通式 IIIc 之 "雙產物" 或 "雙產物" 混合物



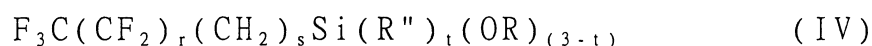
其中 R 和 R' 為相同或相異, 而且為具有 1 至 4 個碳原子之直鏈或支鏈烷基, a 為 1 至 6 的整數, b 為

六、申請專利範圍

1, 2, 3, 4, 5 或 6, c 爲 1, 2, 3 或 4, d 爲 0 或 1, e 爲 1, 2, 3, 4 或 5, x 爲 0 或 1 或 2, y 爲 0 或 1, z 爲 0 或 1 或 2, 但是 $0 \leq (x+y+z) \leq 4$, 而 e 在 $(x+y+z)=0$ 之情況下係假定其數值爲 5, 若 $(x+y+z)=1$ 時 $e=4$, 若 $(x+y+z)=2$ 時 $e=3$, 若 $(x+y+z)=3$ 時 $e=2$, 在 $(x+y+z)=4$ 之狀況下 $e=1$,

及

ii) 通式 IV 之氟烷基烷氧基矽烷



其中 r 爲 0 至 18 的整數, s 爲 0 或 2 及 t 爲 0 或 1, 且 R 和 R'' 爲相同或不同之具有 1 至 4 個碳原子的直鏈或支鏈的烷基,

添加水及或水/酒精混合物, 使得此成分於 0°C 到 100°C 之溫度, 及在做爲催化劑之質子酸存在下, 以及在 pH 值爲 4 至 12 之間發生反應, 以完全或部份地移除酒精,

其中所使用的莫耳比爲 $i/ii \geq 0.29$, 其中 i) 係爲根據通式 IIIa 至 IIIc 之三胺基矽烷及 ii) 係爲通式 IV 之氮烷基矽烷。

7. 如申請專利範圍第 6 項之方法, 其中除了成分 i) 及 ii) 之外, 亦使用 C_1 至 C_{16} -烷基烷氧基矽烷。
8. 如申請專利範圍第 6 項之方法, 其中酒精係於反應前添加到烷氧基矽烷混合物中。

六、申請專利範圍

9. 如申請專利範圍第 6 至 8 項中任一項之方法，其從
藉反應所得之產品混合物中移除的酒精含量，係
降低至小於 5 重量%以下。
10. 如申請專利範圍第 6 至 8 項中任一項之方法，其在
移除酒精之後，產品混合物之 pH 值係藉添加無機或
有機酸而調整於 4 到 12 間。
11. 如申請專利範圍第 6 至 8 項中任一項之方法，其中
鹽酸，醋酸或甲酸係當作催化劑使用，及 / 或當作
呈現 4 到 12 之 pH 值的酸。