



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 101910186 B

(45)授权公告日 2016.11.09

(21)申请号 200880123801.X

(22)申请日 2008.10.31

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 101910186 A

(43)申请公布日 2010.12.08

(30)优先权数据

60/984,753 2007.11.02 US

12/050,543 2008.03.18 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2010.07.02

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2008/012365 2008.10.31

(87)PCT国际申请的公布数据

W02009/061371 EN 2009.05.14

(73)专利权人 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

(74)专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

11105

代理人 王国祥

(51)Int.Cl.

C07F 7/18(2006.01)

C08F 8/32(2006.01)

C08G 59/14(2006.01)

C08G 59/40(2006.01)

C08G 65/336(2006.01)

C08G 77/388(2006.01)

C08G 77/54(2006.01)

C08J 3/03(2006.01)

C08J 3/09(2006.01)

C09D 171/02(2006.01)

C09D 183/08(2006.01)

D06M 15/643(2006.01)

D06M 15/65(2006.01)

(56)对比文件

CA 866244 A,1971.03.16,

US 5384340 A,1995.01.24,

CN 1389495 A,2003.01.08,

审查员 马进

权利要求书7页 说明书23页

(54)发明名称

环氧化物和氨基硅烷的共聚物

(57)摘要

本发明提供了一种组合物,所述组合物包括以下物质a与b的反应产物: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b.具有下式的氨基硅烷: $N(H)(R^1)R^2Si(OR^3)_{3-a-b-c}(OR^4)_a(R^5Si(OR^6)_d(R^7)_e)_bR^8$,其中 R^1 选自H或含有1-20个碳原子的一价烷基; 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烷基; R^4 为含有3-200个碳原子的烷基; 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: $(d+e) \leq 3$ 。

1. 一种组合物, 所述组合物包括以下物质a)与b)的反应产物:

a)包括至少两个环氧乙烷或氧杂环丁烷基团的至少一种环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物, 其选自硅氧烷、烃和聚醚:

所述硅氧烷包括两个环氧基团并具有下式:

$M_f M_h^E M^{PE} M^H_j D_k D_l^E D_m^E D_n^H T_o T_p^E T_q^E T_r^H Q_s$, 其中

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

$T^E = R^E SiO_{3/2}$; 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1-4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0-500的数值;

下标l为0或正数, 且具有0-100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0-50的数值;

下标p为0或正数, 且具有0-30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0-20的数值;

下标i为0或正数, 且具有0-20的数值;

下标m为0或正数, 且具有0-100的数值;

下标q为0或正数, 且具有0-30的数值;

下标j为0或正数, 且具有0-2的数值;

下标n为0或正数, 且具有0-20的数值;

下标r为0或正数, 且具有0-30的数值;

下标t为0或1;

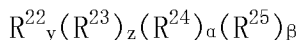
下标u为0或1;

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

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

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

所述烃具有下式:

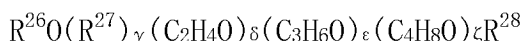


其中 R^{22} 和 R^{25} 独立地为具有3-12个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烃基;

R^{23} 和 R^{24} 各自选自H或具有1-200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: $(y+\beta) > 2$;

所述聚醚具有下式:



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 $-C_4H_8O-$;

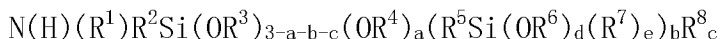
下标 γ 为0或1;

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

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

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

b)具有下式的氨基硅烷:



其中 R^1 选自H或含有1-10个碳原子的一价烃基;

R^2 选自具有1-10个碳原子的二价直链或支链烃基;

R^4 为含有3-10个碳原子的烃基;

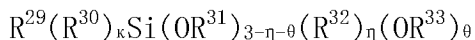
R^5 选自氧或具有1-60个碳原子的二价直链或支链烃基;

R^3 、 R^6 、 R^7 和 R^8 各自独立地选自具有1-15个碳原子的一价直链或支链烃基;

下标b为0,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: $(d+e) \leq 3$ 。

2. 权利要求1的组合物,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烃基;

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个碳原子的烃基。

3. 权利要求2的组合物,其中

R^1 为H或具有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1-8个碳原子；
下标a为1-3；
下标b为0；
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1-3个碳原子；
下标f、l、m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0-50；
 R^{23} 和 R^{24} 各自独立地具有5-200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。

4. 权利要求3的组合物, 其中

R^1 具有1-5个碳原子；
 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2-3；
下标b为0；
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0-35；
 R^{23} 和 R^{24} 各自独立地具有10-200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。

5. 权利要求3的组合物, 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0；
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10-200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。

6. 权利要求4的组合物，其中

R^1 具有1-5个碳原子；

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2-3；

下标b为0；

下标c为0-1；

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

下标f、l、m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10-200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。

7. 权利要求3的组合物，其中下标f、l、m各自独立地为0-50。

8. 权利要求6的组合物，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个碳原子。

9. 一种水乳液，其中不连续相含有水，且所述乳液含有权利要求1的组合物。

10. 一种水乳液，其中不连续相含有水，且所述乳液含有权利要求2的组合物。

11. 一种水乳液，其中不连续相含有水，且所述乳液含有权利要求3的组合物。

12. 一种水乳液，其中不连续相含有水，且所述乳液含有权利要求4的组合物。

13. 一种水乳液，其中不连续相含有水，且所述乳液含有权利要求5的组合物。

14. 一种水乳液，其中不连续相含有水，且所述乳液含有权利要求6的组合物。

15. 一种水乳液，其中不连续相含有水，且所述乳液含有权利要求7的组合物。

16. 一种水乳液，其中不连续相含有水，且所述乳液含有权利要求8的组合物。

17. 一种水乳液，其中连续相含有水，且所述乳液含有权利要求1的组合物。

18. 一种水乳液，其中连续相含有水，且所述乳液含有权利要求2的组合物。

19. 一种水乳液，其中连续相含有水，且所述乳液含有权利要求3的组合物。

20. 一种水乳液，其中连续相含有水，且所述乳液含有权利要求4的组合物。

21. 一种水乳液，其中连续相含有水，且所述乳液含有权利要求5的组合物。

22. 一种水乳液,其中连续相含有水,且所述乳液含有权利要求6的组合物。
23. 一种水乳液,其中连续相含有水,且所述乳液含有权利要求7的组合物。
24. 一种水乳液,其中连续相含有水,且所述乳液含有权利要求8的组合物。
25. 一种非水乳液,其中不连续相含有非水羟基溶剂,且所述乳液含有权利要求1的组合物。
26. 一种非水乳液,其中不连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求2的组合物。
27. 一种非水乳液,其中不连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求3的组合物。
28. 一种非水乳液,其中不连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求4的组合物。
29. 一种非水乳液,其中不连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求5的组合物。
30. 一种非水乳液,其中不连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求6的组合物。
31. 一种非水乳液,其中不连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求7的组合物。
32. 一种非水乳液,其中不连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求8的组合物。
33. 一种非水乳液,其中连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求1的组合物。
34. 一种非水乳液,其中连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求2的组合物。
35. 一种非水乳液,其中连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求3的组合物。
36. 一种非水乳液,其中连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求4的组合物。
37. 一种非水乳液,其中连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求5的组合物。
38. 一种非水乳液,其中连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求6的组合物。
39. 一种非水乳液,其中连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求7的组合物。
40. 一种非水乳液,其中连续相含有非水羟基有机溶剂,且所述乳液含有权利要求8的组合物。
41. 处理织物的方法,包括以下步骤:
 - (i) 向所述织物施用组合物,所述组合物包括以下物质a)与b)的反应产物:
 - a) 包括至少两个环氧乙烷或氧杂环丁烷基团的至少一种环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物,其选自硅氧烷、烃和聚醚:

所述硅氧烷包括两个环氧基团并具有下式：

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

$M = R^9 R^{10} R^{11} SiO_{1/2}$ ；

$M^H = R^{12} R^{13} HSiO_{1/2}$ ；

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

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

$D = R^{18} R^{19} SiO_{2/2}$ ；

$D^H = R^{20} HSiO_{2/2}$ ；

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

$D^E = R^{20} R^E SiO_{2/2}$ ；

$T = R^{21} SiO_{3/2}$ ；

$T^H = HSiO_{3/2}$ ；

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

$T^E = R^E SiO_{3/2}$ ；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1-4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0-500的数值；

下标l为0或正数，且具有0-100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0-50的数值；

下标p为0或正数，且具有0-30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0-20的数值；

下标i为0或正数，且具有0-20的数值；

下标m为0或正数，且具有0-100的数值；

下标q为0或正数，且具有0-30的数值；

下标j为0或正数，且具有0-2的数值；

下标n为0或正数，且具有0-20的数值；

下标r为0或正数，且具有0-30的数值；

下标t为0或1；

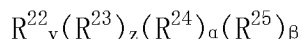
下标u为0或1；

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

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

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

所述烃具有下式：

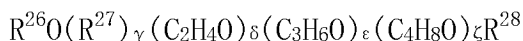


其中 R^{22} 和 R^{25} 独立地为具有3-12个碳原子的含有一个或多个环氧乙烷或氧杂环丁烷部分的一价烃基；

R^{23} 和 R^{24} 各自选自H或具有1-200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： $(y+\beta)>2$ ；

所述聚醚具有下式：



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 $-C_4H_8O-$ ；

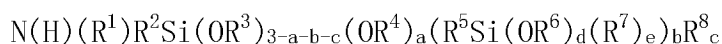
下标 γ 为0或1；

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

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

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

b)具有下式的氨基硅烷：



其中 R^1 选自H或含有1-10个碳原子的一价烃基；

R^2 选自具有1-10个碳原子的二价直链或支链烃基；

R^4 为含有3-10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1-15个碳原子的一价直链或支链烃基；

下标 b 为0，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： $(d+e)\leq 3$ ；和

(ii)固化。

42. 权利要求41的方法，其中所述组合物是具有连续相和非连续相的乳液，其中所述连续相包括所述反应产物，所述非连续相包括水。

43. 权利要求41的方法，其中所述组合物是具有非连续相和连续相的乳液，其中所述非连续相包括所述反应产物，所述连续相包括水。

44. 用权利要求1-8中任一项的组合物处理过的织物。

环氧化合物和氨基硅烷的共聚物

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 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

[0003] 本发明涉及以环氧化合物和氨基硅烷的反应产物形成的新型共聚物。

[0004] 发明背景

[0005] 美国专利US 4,062,999A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。

[0006] 美国专利US 4,359,545A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。

[0007] 美国专利US 5,384,340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。

[0008] EP 1,116,813A1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。

[0009] 美国专利US 5,102,930A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。

[0010] 美国专利US 6,475,568 B1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,且当施用于表面时显示有限的持久性。

[0011] 发明概述

[0012] 本发明提供了一种组合物,所述组合物包括以下物质a)与b)的反应产物:

[0013] 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

[0014] b)具有下式的氨基硅烷:

[0015]
$$\text{N(H)(R}^1\text{)R}^2\text{Si(OR}^3\text{)}_{3-a-b-c}\text{(OR}^4\text{)}_a\text{(R}^5\text{Si(OR}^6\text{)}_d\text{(R}^7\text{)}_e\text{)}_b\text{R}^8_c$$

[0016] 其中R¹选自H或含有1-20个碳原子的一价烷基;

[0017] R²选自具有1-60个碳原子的二价直链或支链烷基;

[0018] R⁴为含有3-200个碳原子的烷基;

- [0019] R^5 选自氧或具有1-60个碳原子的二价直链或支链烷基；
- [0020] 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；
- [0021] 下标b为0或正数，且具有0-3的数值；
- [0022] 下标a和c为0或正数，且具有0-3的数值，有以下限制： $(a+b+c) \leq 3$ ；
- [0023] 下标d和e为0或正数，且具有0-3的数值，有以下限制： $(d+e) \leq 3$ 。
- [0024] 发明详述
- [0025] 本发明提供了一种组合物，所述组合物包括以下物质a)与b)的反应产物：
- [0026] 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
- [0027] b)具有下式的氨基硅烷：
- [0028] $N(H)(R^1)R^2Si(OR^3)_{3-a-b-c}(OR^4)_a(R^5Si(OR^6)_d(R^7)_e)_bR^8_c$
- [0029] 其中 R^1 选自H或含有1-20个碳原子的一价烷基；
- [0030] R^2 选自具有1-60个碳原子的二价直链或支链烷基；
- [0031] R^4 为含有3-200个碳原子的烷基；
- [0032] R^5 选自氧或具有1-60个碳原子的二价直链或支链烷基；
- [0033] 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；
- [0034] 下标b为0或正数，且具有0-3的数值；
- [0035] 下标a和c为0或正数，且具有0-3的数值，有以下限制： $(a+b+c) \leq 3$ ；
- [0036] 下标d和e为0或正数，且具有0-3的数值，有以下限制： $(d+e) \leq 3$ 。
- [0037] 本发明还提供了这种反应产物组合物，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，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：
- [0038] $M_fM_h^E M_i^{PE} M_j^H D_k D_l^{PE} D_m D_n^H T_o T_p^E T_q^{PE} T_r^H Q_s$ ，其中
- [0039] $M = R^9 R^{10} R^{11} SiO_{1/2}$ ；
- [0040] $M^H = R^{12} R^{13} HSiO_{1/2}$ ；
- [0041] $M^{PE} = R^{12} R^{13} (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{1/2}$ ；
- [0042] $M^E = R^{12} R^{13} (R^E) SiO_{1/2}$ ；
- [0043] $D = R^{18} R^{19} SiO_{2/2}$ ；
- [0044] $D^H = R^{20} HSiO_{2/2}$ ；
- [0045] $D^{PE} = R^{20} (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{2/2}$ ；
- [0046] $D^E = R^{20} R^E SiO_{2/2}$ ；
- [0047] $T = R^{21} SiO_{3/2}$ ；
- [0048] $T^H = HSiO_{3/2}$ ；
- [0049] $T^{PE} = (-CH_2CH(R^{14})(R^{15})_t O(R^{16})_u (C_2H_4O)_v (C_3H_6O)_w (C_4H_8O)_x R^{17}) SiO_{3/2}$ ；
- [0050] $T^E = R^E SiO_{3/2}$ ；和
- [0051] $Q = SiO_{4/2}$ ；
- [0052] 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；
- [0053] 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；

[0054] 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；

[0055] 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;

[0056] 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;

[0057] 下标k为0或正数,且具有约0-约1,000的数值;

[0058] 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;

[0059] 下标o为0或正数,且具有0-约50的数值;

[0060] 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;

[0061] 下标s为0或正数,且具有0-约20的数值;

[0062] 下标i为0或正数,且具有0-约20的数值;

[0063] 下标m为0或正数,且具有0-约200的数值;

[0064] 下标q为0或正数,且具有0-约30的数值;

[0065] 下标j为0或正数,且具有0-约2的数值;

[0066] 下标n为0或正数,且具有0-约20的数值;

[0067] 下标r为0或正数,且具有0-约30的数值;

[0068] 下标t为0或1;

[0069] 下标u为0或1;

[0070] 下标v为0或正数,且具有0-约100的数值,有以下限制: $(v+w+x) > 0$;

[0071] 下标w为0或正数,且具有0-约100的数值,有以下限制: $(v+w+x) > 0$;

[0072] 下标x为0或正数,且具有0-约100的数值,有以下限制: $(v+w+x) > 0$;

[0073] 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:

[0074] $R^{22}_y(R^{23})_z(R^{24})_\alpha(R^{25})_\beta$

[0075] 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;

[0076] 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;

[0077] 下标y、z、 α 、 β 为在0-4范围内的0或正数,有以下限制: $(y+\beta) > 2$;

[0078] 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:

[0079] $R^{26}O(R^{27})_\gamma(C_2H_4O)_\delta(C_3H_6O)_\epsilon(C_4H_8O)_\zeta R^{28}$

[0080] 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;

[0081] R^{27} 选自二价基团 $-C_2H_4O-$ 、 $-C_3H_6O-$ 和 $-C_4H_8O-$;

[0082] 下标 γ 为0或1;

[0083] 下标 δ 为0或正数,且具有0-约100的数值,有以下限制: $(\delta+\epsilon+\zeta) > 0$;

[0084] 下标 ϵ 为0或正数,且具有0-约100的数值,有以下限制: $(\delta+\epsilon+\zeta) > 0$;

[0085] 下标 ζ 为0或正数,且具有0-约100的数值,有以下限制: $(\delta+\epsilon+\zeta) > 0$ 。

[0086] 本发明还提供了一种环氧化合物和氨基硅烷的反应产物,进一步包括具有下式的化合物的反应产物:

[0087] $R^{29}(R^{30})_{\kappa}Si(OR^{31})_{3-\eta-\theta}(R^{32})_{\eta}(OR^{33})_{\theta}$

[0088] 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；

[0089] R^{30} 为具有1-60个碳原子的二价烃基；

[0090] 下标 κ 为0或1；

[0091] 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；

[0092] 下标 η 为0或正数，且具有0-3的数值；

[0093] 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；

[0094] R^{33} 为含有3-200个碳原子的烃基。

[0095] 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。

[0096] 优选的实施方式

[0097] 在环氧乙烷或氧杂环丁烷化合物与含有氨基的化合物的反应中，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个碳原子的一价烃基。 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个碳原子的一价烃基。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个碳原子的一价烃基。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个碳原子的一价烃基。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个碳原子的一价烃基。 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个碳原子的一价烃基。

[0098] 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。

[0099] 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。

[0100] 在描述作为最初物质的反应产物的本发明产品时,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的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。

[0101] 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。

[0102] 本发明实施方式的应用

[0103] 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。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。

[0104] 本发明组合物可作为纯组分、混合物或乳液使用。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:

[0105] 水乳液,其中不连续相含有水,而连续相含有本发明组合物;

[0106] 水乳液,其中不连续相含有本发明组合物,而连续相含有水;

[0107] 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

[0108] 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。

[0109] 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,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)。

[0110] A. 农业应用

[0111] 农药(pesticide)-农业、园艺、草皮(Turf)、观赏性植物(Ornamental)和林业(Forestry):

[0112] 许多农药应用要求将助剂加到喷雾混合物中以便在叶面上提供润湿和铺展。助剂常常是表面活性剂,其可具有各种功能,例如增加喷雾液滴在难以润湿的叶面上的保持力,提高铺展以改善喷雾的覆盖率,或者提供除草剂进入植物表皮的渗透性。这些助剂或者以罐侧添加剂(tank-side additive)提供,或者用作农药制剂中的组分。

[0113] 农药的典型应用包括农业、园艺、草皮、观赏性植物、家庭和花园、兽医和林业应用。

[0114] 本发明的农药组合物也包括至少一种农药,其中本发明的组合物以作为桶混制剂中的浓缩物或稀释物的形式存在,存在的量足以提供0.005%~2%的最终使用浓度。任选地,农药组合物可包括赋形剂、助表面活性剂、溶剂、控泡剂、沉积助剂、阻流剂(drift retardants)、生物制剂、微量营养素、肥料等。术语农药是指用于消灭害虫的任何化合物,例如杀鼠剂、杀虫剂(insecticide)、杀螨剂、杀真菌剂和除草剂。可使用的农药的说明性实例包括,但不限于,生长调节剂、光合作用抑制剂、颜料抑制剂、有丝分裂中断剂(mitotic disrupter)、脂质生物合成抑制剂(lipid biosynthesis inhibitors)、细胞壁抑制剂,和细胞膜破裂剂(cell membrane disrupter)。在本发明的组合物中使用的农药的量随着所用的农药的类型而变化。可与本发明的组合物一起使用的农药化合物更具体的实例是,但不限于,除草剂和生长调节剂,例如:苯氧乙酸、苯氧丙酸、苯氧丁酸、苯甲酸、三嗪和均三嗪、取代的脲、尿嘧啶、苯达松、异苯敌草、灭草定、苯敌草、达草止、杀草强、异恶草酮、氟草同(fluridone)、达草灭、二硝基苯胺、异乐灵、黄草消、胺消草、氨基丙氟灵、氟乐灵、草甘膦、磺酰脲、咪唑啉酮、烯草酮、氯甲草、噁唑禾草灵、精吡氟禾草灵、吡氟氯禾灵、禾草克(quizalofop)、烯禾定、敌草腈、异恶草胺、和联吡啶鎓(bipyridylum)化合物。

[0115] 本发明中可使用的杀真菌组合物可包括,但不限于,杀螟丹(aldimorph)、克啉菌、吗菌灵、烯酰吗啉;氟硅唑、戊环唑、环唑醇、氧唑菌、呋菌唑、丙环唑、戊唑醇等;烯菌灵、托布津、苯菌灵、多菌灵、百菌清(chlorothalonil)、氯硝胺、肟菌酯(trifloxystrobin)、氟唑菌酯(fluxystrobin)、醚菌胺(dimoxystrobin)、腈唑菌酯(azoxystrobin)、灭菌胺(furcaranil)、丙氯灵、磺菌胺、恶唑菌酮(famoxadone)、克菌丹、代森锰、代森锰锌、多敌菌、多果定,和甲霜灵。

[0116] 能与本发明的组合物一起使用的杀虫剂、杀幼虫剂、杀螨剂和杀卵剂(ovacide)化合物包括,但不限于,苏云金杆菌、艾克敌105(spinosad)、齐墩螨素(abamectin)、多拉克汀(doramectin)、lepimectin、除虫菊酯、西维因、抗蚜威(pirimicarb)、涕灭威、灭多虫、虫螨脒、硼酸、杀虫脒、双苯氟脲(novaluron)、双三氟虫脲(bistrifluron)、杀虫隆、氟脲杀、咪蚜胺、二嗪农、乙酰甲胺磷、硫丹、克来范、乐果、乙基谷硫磷、谷硫磷、异恶唑磷(izoxathion)、毒死蜱、四螨嗪、氯氟氰菊酯、氯菊酯、氟氯菊酯、氯氰菊酯等。

[0117] 肥料和微量营养素:

[0118] 肥料和微量营养素包括,但不限于,硫酸锌、硫酸亚铁、硫酸铵、尿素、尿素氮铵、硫代硫酸铵、硫酸钾、磷酸单铵、尿素-磷酸酯、硝酸钙、硼酸、硼酸钾和硼酸钠、磷酸、氢氧化镁、碳酸镁、多硫化钙、硫酸铜、硫酸锰、硫酸铁、硫酸钙、钼酸钠、氯化钙。

[0119] 农药或肥料可为液体或固体。如果是固体,优选在施用之前它可溶于溶剂或本发明的有机改性的二硅氧烷中,有机硅可用作溶剂,或者用于这种溶解性的表面活性剂,或者另外的表面活性剂可完成该功能。

[0120] 农业赋形剂:

[0121] 本领域已知的缓冲液、防腐剂和其它标准赋形剂也可包括在该组合物中。

[0122] 溶剂也可包括在本发明的组合物中。这些溶剂在室温是液态。实例包括水、醇、芳族溶剂、油类(即矿物油、植物油、硅油等)、植物油的低级烷基酯、脂肪酸、酮、甘醇、聚乙二醇、二醇、石蜡等。具体的溶剂可为如美国专利5,674,832中所述的2,2,4-三甲基-1,3-戊烷二醇及其烷氧基化的(尤其是乙氧基化的)变体,或N-甲基-吡咯烷酮(n-methyl-pyrrolidone),所述美国专利并入本文作为参考。

[0123] 助表面活性剂:

[0124] 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。

[0125] 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。

[0126] 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。

[0127] 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-LP 100-ISP)、2-乙基己基硫酸盐、异癸醇乙氧基化物(例如,RHODASURF DA 530-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)。

[0128] 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。

[0129] 在优选的实施方式中,本发明的农用化学品组合物还包括一种或多种农用化学品成分。合适的农用化学品成分包括,但不限于,除草剂、杀虫剂、生长调节剂、杀真菌剂、杀螨药(miticide)、杀螨剂(acaricide)、肥料、生物制剂、植物营养物、微量营养素、生物杀灭剂、石蜡矿物油、甲基化种子油(即甲基大豆脂肪酸金属盐(methylsoyate)或甲基油菜油金属盐(methylcanolate))、植物油(例如大豆油和油菜油)、水质调节剂例如Choice®

(Loveland Industries, Greeley, CO) 和 Quest (Helena Chemical, Collierville, TN)、改性的粘土例如 **Surround**[®] (Englehard Corp.), 控泡剂、表面活性剂、润湿剂、分散剂、乳化剂、沉积助剂、防滴组分 (antidrift component), 和水。

[0130] 合适的农用化学品组合物以本领域已知的方式通过合并制得, 例如, 通过将一种或多种上述组分与本发明的有机改性的二硅氧烷混合, 作为桶混制剂, 或者作为“罐装”制剂。术语“桶混制剂”是指在即将使用时将至少一种农用化学品加到喷雾介质, 例如水或油中。术语“罐装”是指含有至少一种农用化学品组分的制剂或浓缩物。然后, 在即将使用时可将“罐装”制剂稀释至使用浓度, 通常是稀释到桶混制剂中, 或者可不稀释而直接使用它。

[0131] B. 涂料

[0132] 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、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。

[0133] 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;

[0134] 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。

[0135] C. 个人护理品

[0136] 在优选的实施方式中, 基于每 100 重量份 (“pbw”) 的个人护理品组合物, 本发明的环氧氨基硅烷共聚物占本发明组合物的 0.1–99pbw, 更优选 0.5pbw–30pbw, 还更优选 1–15pbw, 以及占个人护理品组合物的 1pbw–99.9pbw, 更优选 70pbw–99.5pbw, 还更优选 85pbw–99pbw。

[0137] 本发明组合物可用于个人护理乳液, 例如露和霜。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:

[0138] 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;

[0139] 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;

[0140] 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

[0141] 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。

[0142] 含有有机硅相的非水乳液描述于美国专利 US 6,060,546 和美国专利 US 6,271,295 中, 这些专利所公开的内容在此并入作为参考。

[0143] 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。

[0144] 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,得到的物质都常常是具有改善的沉积性质和良好的触摸特性的霜或露。可将其共混到毛发护理品、皮肤护理品、止汗剂、遮光剂、化妆品、加色化妆品、驱虫剂、维生素和激素载体、香料载体等的制剂中。

[0145] 其中可使用本发明的环氧氨基硅烷共聚物和衍生自本发明的有机硅组合物的个人护理应用包括,但不限于,除臭剂,止汗剂,止汗剂/除臭剂,剃须产品,护肤露,保湿剂,调色剂,浴室用品,清洁产品,护发产品比如香波、调理剂、摩丝、定型发胶、美发喷剂、染发剂、染发产品、头发漂白剂、烫发产品、直发剂,修指甲产品比如指甲油、指甲油去除剂、指甲霜和露、角质层软化剂,防护膏比如遮光剂、驱虫剂和抗老化产品,加色化妆品比如口红、粉底、扑面粉、眼线膏、眼影、胭脂、美容品、睫毛油和通常已经添加了有机硅组分的其它个人护理品制剂,以及用于要施用于皮肤的医学组合物的局部施用的药物递送系统。

[0146] 在优选的实施方式中,本发明的个人护理品组合物还包括一种或多种个人护理品成分。合适的个人护理品成分包括,例如,软化剂、保湿剂、湿润剂、颜料,包括珠光颜料例如氯化铋和二氧化钛涂覆的云母、着色剂、香料、生物杀灭剂、防腐剂、抗氧化剂、抗微生物剂、抗真菌剂、止汗剂、皮肤角质层剥离剂(exfoliant)、激素、酶、药用化合物、维生素、盐、电解质、醇、多元醇、紫外线吸收剂、植物提取物、表面活性剂、硅油、有机油(organic oil)、蜡、成膜剂、增稠剂例如热解法二氧化硅或水合二氧化硅、粒状填料例如滑石、高岭土、淀粉、变性淀粉、云母、尼龙、粘土例如膨润土和有机改性的粘土。

[0147] 合适的个人护理品组合物采用本领域已知的方式通过混合而制备,例如,通过将一种或多种上述组分与本发明组合物混合而制得。合适的个人护理品组合物可为单相形式或乳液形式,包括水包油型、油包水型和无水乳液,其中有机硅相可为不连续相或连续相,以及多重乳液,例如,油包水包油型乳液和水包油包水型乳液。

[0148] 在一种有用的实施方式中,止汗剂组合物包括本发明的环氧氨基硅烷共聚物和一种或多种活性止汗剂。合适的止汗剂包括,例如,U.S. Food and Drug Administration's October 10, 1993 Monograph on antiperspirant drug products for over-the-counter human use中列出的第I类活性止汗剂成分,例如卤化铝、碱式卤化铝(aluminum hydroxyhalide)如水合氯化铝(aluminum chlorohydrate),及其与卤化氧锆(zirconyl oxyhalide)和碱式卤化氧锆(zirconyl hydroxyhalide)的复合物或混合物,例如,水合氯化铝-锆(aluminum-zirconium chlorohydrate),铝锆甘氨酸复合物(aluminum zirconium glycine complexe)如四氯羟基铝锆甘氨酸复合物(aluminum zirconium tetrachlorohydrate gly)。

[0149] 在另一有用的实施方式中,皮肤护理组合物包括本发明组合物和载体例如硅油或有机油。皮肤护理组合物可任选地还包括软化剂,例如甘油三酯,蜡酯(wax ester),脂肪酸的烷基或烯基酯,或多元醇酯,和一种或多种通常用于皮肤护理组合物中的已知组分,例如颜料,维生素如维生素A、维生素C和维生素E,遮光剂或防晒化合物(sunblock compound)例如二氧化钛、氧化锌、2-羟基-4-甲氧基-二苯甲酮、甲氧基肉桂酸辛酯、丁基甲氧基二苯甲酰甲烷、对氨基苯甲酸和辛基二甲基对氨基苯甲酸(octyl dimethyl-p-aminobenzoic acid)。

[0150] 在另一有用的实施方式中,加色化妆品组合物例如口红、美容品或睫毛油组合物包括本发明的组合物,和着色剂,例如颜料,水溶性染料或油溶性染料。

[0151] 在另一有用的实施方式中,本发明的组合物与香料物质结合使用。这些香料物质可为香料化合物、包胶的香料化合物或释放香气的化合物,它们可为纯化合物或为包胶的。与本发明的组合物特别相容的是释放香气的含硅化合物,如美国专利6,046,156、6,054,547、6,075,111、6,077,923、6,083,901和6,153,578中所披露的;这些专利均在此并入作为参考。

[0152] 本发明组合物的应用不局限于个人护理品组合物,还预期用本发明组合物处理的其他产品,例如蜡、上光剂和织物。

[0153] D. 家庭护理品

[0154] 家庭护理品应用包括衣物洗涤剂 and 织物柔软剂、餐具洗涤液、木材和家具上光剂、地板蜡、浴盆和瓷砖清洗剂、抽水马桶清洁剂、硬表面清洗剂、窗户清洁剂、防雾剂、排水沟清理剂、自动餐具洗涤剂和被单洗涤剂、地毯清洁剂、预洗剂指示剂(prewash spotter)、除锈剂和除垢剂。

[0155] E. 油气

[0156] 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油气应用,包括破乳。

[0157] F. 水处理

[0158] 包括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涉及以下的应用:商业和工业敞开的再循环冷却水塔、封闭的冷却水体系、冷却水导管、换热器、冷凝器、直通冷却体系、巴氏灭菌器、净气器、换热体系、空调/增湿器/减湿器、流体静压炊具(hydrostatic cooker)、安全和/或防火水保护储存体系、水洗涤器、回灌井、进水体系、包括过滤和净化器、废水处理、废水处理储罐、导管、过滤床、消化器(digester)、净化器、存储槽、沉降泻湖(lagoon)、运河、气味控制、离子交换树脂床、膜过滤、反渗透、微过滤和超过滤,有助于在冷却塔应用、换热器和工业用水体系中除去生物膜,等等。

[0159] G. 纸浆和纸

[0160] 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。

[0161] 实验

[0162] 合成实施例

[0163] 实施例A

[0164] 将平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{22}\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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°C和4托下汽提2小时,以除去异丙醇。

[0165] 实施例B

[0166] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷(51.72g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{7.3}\text{OCH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0167] 实施例C

[0168] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷(40.3g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷(206.12g)和平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{O})_7\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0169] 实施例D

[0170] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷(54.27g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚硅氧烷(185.70g)和平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_7\text{CH}_2\text{CH}(\text{O})\text{CH}_2$ 的环氧封端的聚醚(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。

[0171] 实施例E

[0172] 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。

[0173] 实施例F

[0174] 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 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0175] 实施例G

[0176] 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 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0177] 实施例H

[0178] 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 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0179] 实施例I

[0180] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷(12.94g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{25}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0181] 实施例J

[0182] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷(27.00g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0183] 实施例K

[0184] 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。

[0185] 实施例L

[0186] 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。

[0187] 实施例M

[0188] 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。

[0189] 实施例N

[0190] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷(40.34g)、平均结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_5-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0191] 实施例O

[0192] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷(42.90g)、结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{OSi}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0193] 实施例P

[0194] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷(27.00g)、结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0195] 实施例Q

[0196] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷(27.00g)、结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{50}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0197] 实施例R

[0198] 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。

[0199] 实施例S

[0200] 将氨基丙基三异丙氧基硅烷(15.02g)、结构为 $\text{CH}_2(\text{O})\text{CHCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{100}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}(\text{O})\text{CH}_2$ 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。

[0201] 实施例T

[0202] 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。

[0203] 实施例U

[0204] 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。

[0205] 实施例V

[0206] 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。

[0207] 涂布应用实施例

[0208] 实施例1-4的基材的涂布

[0209] 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。

[0210]

	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

[0211] 应用实施例1光泽度

[0212] 使用ASTM标准试验方法(D 4039-87)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。

[0213]

	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

[0214] 应用实施例2铅笔硬度

[0215] 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。

[0216]

	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

[0217] 应用实施例3划格法附着力试验

[0218] 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。

[0219] 应用实施例4耐溶剂性

[0220] 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。

[0221]

	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

[0222] 应用实施例5耐冲击性

[0223] 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。

[0224]

	直接	直接	反向	反向
	冲击 80 lbs	冲击 10 lbs	冲击 80 lbs	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

[0225] 硬表面防着色(anti-staining)应用的实施例

[0226] 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。

[0227] 制备涂料配制物的步骤

[0228] 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。

[0229] 表在各种基材上的着色结果

[0230] 赤土陶瓷

[0231]

	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

[0232] 赤土陶瓷

[0233]

	未处理过的	实施例配制物 9N	实施例配制物 10O	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

[0234]

花岗石				
	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

[0235]

大理石				
	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

[0236] 非织造织物应用实施例

[0237] 纺成聚丙烯(spun polypropylene)的处理

[0238] 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℃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尿布面层材料用于所有非织造应用实施例。

[0239]

	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%

[0240] 泄水(run-off)应用

[0241] 采用标准Edana 152.0-99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。

[0242] 表4种处理过的纺成聚丙烯片材的泄水百分比

[0243]

	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%

[0244] 渗透(strike through)

[0245] 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。

[0246]

	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

[0247] 流体静压试验Inda标准试验IST 80.4

[0248] 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。

[0249]

	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

[0250] 迁移

[0251] 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℃将重物(0.51lb./in²)放置在非织造织物上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。

[0252]

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

[0253] 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。

[0254] 织物应用

[0255] 配制物

[0256]

	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%

[0257] 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。

[0258] 制备对照物配制物2的微乳液的配制物和制备步骤

[0259] 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。

[0260] 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。

[0261] 通过浸轧浴处理

[0262] 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。

[0263] 织物调适

[0264] 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。

[0265] 浸湿(wet out)

[0266] 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。

[0267]

试验	实施例 配制物5	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

[0268] 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。

[0269]

试验	洗涤周期次数				
	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

[0270] 芯吸(wicking)

[0271] 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。在装有着色的水的烧杯中,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。

[0272]

试验	实施例 配制物5	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

[0273] 持久性(机器洗涤/干燥)

[0274] 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BF3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。

[0275]

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%

[0276] 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。

[0277]

	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%

[0278] 喷淋法防水性试验(Spray Test)

[0279] 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。

[0280]

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

[0281] 手感(柔软/蓬松/光滑)

[0282] 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。

[0283]

处理	等级
未处理过的	1
对照物配制物2	7.7
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

[0284] 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的美国专利(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。