



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **91632** (13) **C2**
(51) **МПК (2009)**
B32B 18/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСОБИ ОБРОБКИ ПОВЕРХОНЬ ІОННИМИ КРЕМНІЙОРГАНІЧНИМИ КОМПОЗИЦІЯМИ ТА ВИРІБ З ВОДОВІДШТОВХУВАЛЬНИМИ ВЛАСТИВОСТЯМИ

1

2

(21) а200900928

(22) 22.08.2006

(24) 10.08.2010

(86) РСТ/IN2006/000304, 22.08.2006

(31) 1069/MUM/06

(32) 07.07.2006

(33) IN

(46) 10.08.2010, Бюл.№ 15, 2010 р.

(72) МЕТХА ПРАКАШ ВІТХАЛДАС, IN, РАНКА АДЖАЙ ІШВАРЛАЛ, IN

(73) РАНКА СІМА АДЖАЙ, IN

(56) US 5 209 775 A, 11.05.1993

US 5 300 327 A, 05.04.1994

US 6 994 890 B2, 07.02.2006

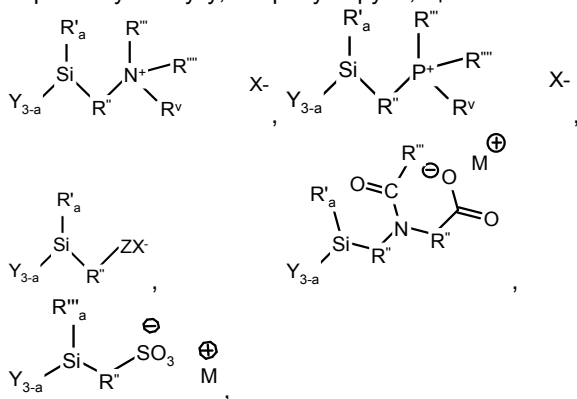
US 5 798 144 A, 25.08.1998

US 5 411 585 A, 02.05.1995

US 5 110 684 A, 05.05.1992

US 5 051 129 A, 24.09.1991

(57) 1. Спосіб обробки поверхні для надання їй водовідштовхувальних властивостей, що включає нанесення на поверхню водного розчину, що містить в основному щонайменше одну іонну кремнійорганічну сполуку, вибрану з групи, що включає



де в кожній формулі:

Y являє собою RO, коли R являє собою алкільний радикал з 1-4 атомами вуглецю, $(CH_2CH_2O)_nOH$, коли n дорівнює 1-10, $(CH_3OCH_2CH_2O)$ або $(CH_3CH_2OCH_2CH_2O)$;

a дорівнює нулю, одиниці або двом;

R' являє собою метиловий або етиловий радикал;

R'' являє собою алкіленову групу з 1-4 атомами вуглецю;

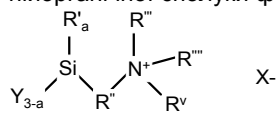
R''', R''' і R^v являють собою алкільні групи, що містять 1-22 атоми вуглецю, в яких щонайменше одна така група має більше восьми атомів вуглецю, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂OH, -CH₂OH і $-(CH_2)_xNHC(O)R^{vi}$, в яких x дорівнює 2-10, і R^{vi} є перфторалкільним радикалом, що має 1-12 атомів вуглецю;

X являє собою хлорид, бромід, фторид, йодид, ацетат або тозилат;

Z являє собою позитивно заряджене ароматичне піридинієве кільце формули C₅H₆N⁺; і

M являє собою Na, K або Li, або H.

2. Спосіб за п.1, де стадія нанесення водного розчину включає нанесення тільки однієї іонної кремнійорганічної сполуки формули:



в якій:

Y являє собою RO, коли R являє собою алкільний радикал з 1-4 атомами вуглецю, $(CH_2CH_2O)_nOH$, коли n дорівнює 1-10, $(CH_3OCH_2CH_2O)$ або $(CH_3CH_2OCH_2CH_2O)$;

a дорівнює нулю, одиниці або двом;

R' являє собою метиловий або етиловий радикал;

R'' являє собою алкіленову групу з 1-4 атомами вуглецю;

R''', R''' і R^v являють собою алкільні групи, що містять 1-22 атоми вуглецю, в яких щонайменше одна така група має більше восьми атомів вуглецю, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂OH, -CH₂OH і $-(CH_2)_xNHC(O)R^{vi}$, в яких x дорівнює 2-10 і R^{vi} є перфторалкільним радикалом, що має 1-12 атомів вуглецю; і

X являє собою хлорид, бромід, фторид, йодид, ацетат або тозилат.

3. Спосіб за п.2, де вказана іонна кремнійорганічна сполука містить від приблизно 0,1 до приблизно 10 % мас. згаданого водного розчину.

4. Спосіб за п.1, де згадана стадія нанесення включає розпилення згаданого водного розчину на згадану поверхню.

5. Спосіб за п.1, де згадана стадія нанесення включає нанесення водного розчину на неорганічну поверхню.

(13) **C2**

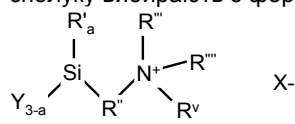
(11) **91632**

(19) **UA**

6. Спосіб за п.5, де згадану поверхню вибирають з групи, що включає бетон, продукти цегельної кладки, гіпсобетонні блоки, блоки з шлакобетону, блоки з керамічної маси, силікатну цеглу, керамічні дренажні труби, керамічні труби, цеглу з пісковика, гіпс і глину, природний камінь і буличники, черепицю, силікатну цеглу, вироби з цементу, шлакоблоки і цеглу, штукатурку, вапняк, щебінь, мармур, рідке цементне тісто, мортиру, терацо, клінкер, пемзу, землю, кераміку, порцеляну, цеглу повітряного сушіння, корал, доломіт і асфальт.

7. Спосіб обробки поверхні для надання їй водовідштовхувальних властивостей, що включає: i) розчинення іонної кремнійорганічної сполуки у воді з утворенням водного розчину іонної кремнійорганічної сполуки; ii) нанесення водного розчину на неорганічну поверхню; і iii) сушіння водного розчину, при якому іонна кремнійорганічна сполука зв'язується з реакційними центрами, присутніми на неорганічній поверхні з утворенням захисного шару з водовідштовхувальними властивостями на згаданій неорганічній поверхні.

8. Спосіб за п.7, де згадану іонну кремнійорганічну сполуку вибирають з формули:



в якій:

Y являє собою RO, коли R являє собою алкільний радикал з 1-4 атомами вуглецю, $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{OH}$, коли n дорівнює 1-10, $(\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O})$ або $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O})$;

a дорівнює нулю, одиниці або двом;

R' являє собою метиловий або етиловий радикал;

R'' являє собою алкіленову групу з 1-4 атомами вуглецю;

R''', R''' і R^v являють собою алкільні групи, що містять 1-22 атоми вуглецю, в яких щонайменше одна така група має більше восьми атомів вуглецю, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂OH, -CH₂OH і $-(\text{CH}_2)_x\text{NHC}(\text{O})\text{R}^{\text{vi}}$, в яких x дорівнює 2-10 і R^{vi} є перфторалкільним радикалом, що має 1-12 атомів вуглецю; і

X являє собою хлорид, бромід, фторид, йодид, ацетат або тозилат.

9. Спосіб за п.8, де кількість згаданої іонної кремнійорганічної сполуки складає від приблизно 0,1 до 10 % мас. згаданого водного розчину.

10. Спосіб за п.9, де згаданою іонною кремнійорганічною сполукою є щонайменше один з 3-(триметоксисил)пропільдиметилгексадециламонійхлориду, 3-(триметоксисил)пропільметилдидециламонійхлориду і 3-(триметоксисил)пропільдиметилгексадециламонійхлориду.

11. Спосіб за п.10, де стадію нанесення водного розчину вибирають з групи, що складається з щонайменше однієї методики із застосуванням пензлика, валика і розпилення для нанесення згаданого водного розчину на згадану поверхню.

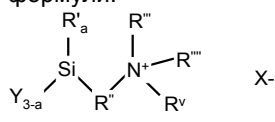
12. Виріб з водовідштовхувальними властивостями, що містить неорганічну поверхню, яка має водостійкий шар, зв'язаний із згаданою поверхнею, згаданий водостійкий шар містить поліконденсат розчинної у воді іонної кремнійорганічної сполуки.

13. Виріб з водовідштовхувальними властивостями за п.12, де згаданий водостійкий шар і згадана неорганічна поверхня з'єднані Si-O-Si зв'язками.

14. Виріб з водовідштовхувальними властивостями за п.13, де згаданий водостійкий шар додатково містить довголанцюгові алкільні групи, зв'язані з іонними групами.

15. Виріб з водовідштовхувальними властивостями за п.14, де згадані довголанцюгові алкільні групи розташовані так, щоб вода не могла досягнути згаданої іонної групи.

16. Виріб з водовідштовхувальними властивостями за п.15, де згаданий водостійкий шар містить поліконденсат іонної кремнійорганічної сполуки формули:



в якій:

Y являє собою RO, коли R являє собою алкільний радикал з 1-4 атомами вуглецю, $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{OH}$ коли n дорівнює 1-10, $(\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O})$ або $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O})$;

a дорівнює нулю, одиниці або двом;

R' являє собою метиловий або етиловий радикал;

R'' являє собою алкіленову групу з 1-4 атомами вуглецю;

R''', R''' і R^v являють собою алкільні групи, що містять 1-22 атоми вуглецю, в яких щонайменше одна така група має більше восьми атомів вуглецю, -CH₂C₆H₅, -CH₂CH₂OH, -CH₂OH і $-(\text{CH}_2)_x\text{NHC}(\text{O})\text{R}^{\text{vi}}$, в яких x дорівнює 2-10 і R^{vi} є перфторалкільним радикалом, що має 1-12 атомів вуглецю; і

X являє собою хлорид, бромід, фторид, йодид, ацетат або тозилат.

17. Виріб з водовідштовхувальними властивостями за п.15, де згаданий водостійкий шар містить поліконденсат щонайменше однієї сполуки, вибраної з

3-(триметоксисил)пропільдиметилгексадециламонійхлориду, 3-(триметоксисил)пропільметилдидециламонійхлориду і 3-(триметоксисил)пропільдиметилгексадециламонійхлориду.

Даний винахід стосується способів обробки неорганічних поверхонь водними розчинами, що містять іонну кремнійорганічну сполуку для надання водонепроникності. Додатково, даний винахід

стосується неорганічних поверхонь, оброблених водними розчинами, що містять іонну кремнійорганічну сполуку, так що неорганічна поверхня покривається водостійкою плівкою.

Водостійкість є важливою проблемою в багатьох типах конструкцій, включаючи цегельну кладку і бетон. Стійкість до впливу води є дуже важливим параметром, так як поглинання води і її проникнення в ці типи матеріалів викликає або робить внесок в такі проблеми, як розширення, стиснення, розлом, корозія, пліснява, знижена стійкість до замерзання і відтавання, хімічна дія, корозія арматурної сталі і пошкодження структур внаслідок осідання. Внаслідок цих проблем використовували різні техніки, щоб надати цим типам поверхонь водостійкість, включаючи поверхневу обробку структур водовідштовхувальними засобами. Водовідштовхувальні засоби, які використовували в минулому, включають масла, віск, мила і смоли. Ці водовідштовхувальні засоби наносили на поверхні методами із застосуванням пензля, валика, повітряного розпилення або безповітряного розпилення. Одним типом водовідштовхувального засобу, який використовували, є кремнійорганічні сполуки. Виявлено, що ці сполуки в органічних розчинниках корисні для забезпечення водостійкості цегли, бетону, штукатурці або терацо поверхням.

Як описується в патенті США No. 5073195, зміст якого вводиться в даний опис за допомогою посилання, застосування кремнійорганічних сполук на поверхнях для надання водонепроникності добре відоме в даній галузі техніки. Використання кремнійорганічних сполук, таких як алкілтриалкоксисполуки, для надання водостійкості відоме протягом щонайменше 30 років. Традиційно, застосування цих сполук здійснювали в легкозаймистих розчинниках, таких як етанол, метанол і різних рідких вуглеводнях. У процесі застосування, леткі органічні сполуки (VOC) важко відділяти. Внаслідок цих проблем були затрачені значні зусилля на створення негорючої композиції для надання водостійкості поверхням цегельної кладки і бетону. У першому невдалому підході використовували різні водні емульсії, що містять кремнійорганічні сполуки. Однак, ці невдалі рецептури надавали водостійкість, порівнянну з композиціями на основі розчинників. При усвідомленні недоліків, пов'язаних з водною емульсійною рецептурою, розробили рецептури, щоб зробити алкілтриалкоксисилани розчинними у воді. Рецептури цього типу використовують розчинні у воді аміно- і четвертинні амонієві органосилани разом з алкілтриалкоксисиланами традиційної рецептури. Мета цих рецептур полягала в тому, щоб використовувати розчинні органосилани, щоб надати розчинність алкілтриалкоксисиланам, які забезпечують водостійкі характеристики.

На додаток до водостійкості, численні типи конструкційних матеріалів набули кращих характеристик завдяки обробці протимікробним агентом. Протимікробні агенти є хімічними композиціями, які запобігають мікробному забрудненню і пошкодженню матеріалів. Можливо, найпоширенішою групою протимікробних агентів є сполуки четвертинного амонію. Використання низької концентрації (1% або нижче) силанів четвертинного амонію як протимікробних агентів добре відоме і вивчається у великій кількості патентів США, включаючи

патенти США Nos. 3560385, 3794736 і 3814739. Завдяки цим протимікробним якимостям, їх застосування є корисним для різних поверхонь, субстратів, інструментів і застосувань. Приклади такого використання описуються в патентах США Nos. 3730701, 3794736, 3860709, 4282366, 4504541, 4615937, 4692374, 4408996 і 4414268; зміст яких вводиться в даний опис за допомогою посилання. Застосування водних розчинів, що містять силани четвертинного амонію, обговорюється в патентах США Nos. 4921701 і 5169625.

Такими, що стосуються даного винаходу, є патенти США 5209775, 5421866, 5695551, CA 2115622 і JP 3159975. Ці патенти стосуються диспергованих у воді або водних емульсійних водовідштовхувальних композицій кремнієвих сполук. Композиції, описані в цих патентах, містять (1) алкілалкоксисилан або силосилан; (2) водорозчинний силан; і (3) або аміносилан або силан четвертинного амонію. Роль розчинного силану, аміносилану або іонного силану четвертинного амонію в цих композиціях полягає в тому, щоб стабілізувати алкілалкоксисилан, силосилан або інші нерозчинні у воді полімери у воді.

Використання гідрофобних нерозчинних у воді силанів як водовідштовхувальних засобів в різних органічних розчинниках, таких як спирти і вуглеводні, традиційно були переважними завдяки їх чудовим характеристикам. Однак, принципові обмеження цих композицій для розчинення включають їх природну токсичність і займистість. При забезпеченні поліпшення екологічності обробок на основі розчинника з точки зору екологічної безпеки, існуючі органосилоксанові емульсії і дисперговані у воді силани або силосилани не йдуть в жодне порівняння з існуючими силанами на основі розчинів, силан/силосилановими комбінаціями або силосиланами на основі основ з точки зору стабільності, глибини проникнення і ефекту утворення крапель обробленого субстрату. Додатково, використання поверхнево-активних речовин може спричинити повторне зволоження поверхні.

Отже, зберігається необхідність розробки способів водної обробки для надання водонепроникності, які можуть забезпечити щонайменше рівну ефективну водостійкість, як при обробці з використанням композиції на основі розчинника. Відповідно, мета даного винаходу полягає в тому, щоб забезпечити спосіб обробки поверхонь водними розчинами, в якому оброблена поверхня виявляє водостійкість, яка щонайменше дорівнює тій, що надається при обробці композиціями на основі розчинника. Додатково, мета даного винаходу полягає в тому, щоб забезпечити відповідність наступним трьом необхідним вимогам для забезпечення тривалих гідрофобних властивостей у неорганічних субстратах: (1) застосування нешкідливих і екологічно прийнятних водних розчинів, (2) надання гідрофобності на молекулярному рівні і (3) здатність реагувати з субстратом, щоб забезпечити довготривалість властивостей.

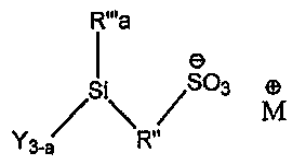
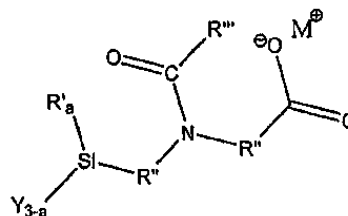
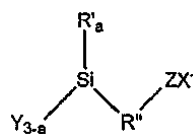
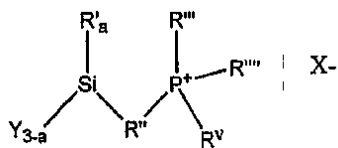
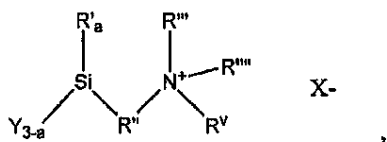
Даний винахід стосується способів обробки неорганічних поверхонь водними композиціями, що містять іонні кремнійорганічні сполуки, і різних неорганічно оброблених поверхонь. Несподівано

було виявлено, що застосування водорозчинних іонних кремнійорганічних сполук, які до даного винаходу використовувалися тільки в малих кількостях, щоб надати розчинність силанам, на неорганічних поверхнях забезпечує оброблені поверхні чудовими гідрофобними властивостями. Даний винахід задовольняє вищезазначені вимоги при застосуванні водних розчинів, що містять іонні кремнійорганічні сполуки, які мають іонну групу, гідрофобну групу і щонайменше одну алкоксигрупу на кремнії.

Даний винахід використовує виключно іонні кремнійорганічні сполуки як основний і єдиний компонент для надання водовідштовхування при поверхневій обробці неорганічних субстратів. Способи даного винаходу включають застосування всіх водних розчинів, що містять по суті щонайменше одну іонну кремнійорганічну сполуку на неорганічних поверхнях, за допомогою чого поверхні надається водостійкість. Хоча вимога не стосується наступного пояснення, вважають, що при сушінні водного іонного кремнійорганічного розчину укладка молекул на поверхні є такою, що іонна група, яка забезпечує розчинність у воді, занурюється глибоко в структуру після того, як силан і утворює хімічні зв'язки з неорганічною поверхнею. Відповідно, після застосування оброблена поверхня може характеризуватися як поверхня з довготривалим водовідштовхувальним покриттям. Таким чином, існують відмінності між тим, що вивчають згідно з концепцією даного винаходу і тим, що описується на попередньому рівні техніки, як очевидно з декількох патентів, згаданих і обговорених вище.

Даний винахід буде описаний більш повно нижче в даному описі, в якому описуються деякі, але не всі варіанти здійснення даного винаходу. Дійсно, дані винаходи можуть бути втілені в багатьох різних формах і не тлумачаться як обмежуючі варіанти здійснення, викладені в даному описі; швидше, ці варіанти здійснення забезпечуються для того, щоб даний опис задовольняв стандартні вимоги застосування.

Придатні композиції для обробки поверхонь для використання в даному винаході утворюють змішуванням води і іонної кремнійорганічної сполуки. Іонні кремнійорганічні сполуки згідно з даним винаходом включають органосилани, що мають формулу, вибрану з групи, яка включає:



де в кожній формулі:

Y являє собою RO, коли R являє собою алільний радикал з 1-4 атомами вуглецю, $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{OH}$, коли n дорівнює 1-10, $(\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O})$ або $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O})$;

a дорівнює нулю, одиниці або двом;

R' являє собою метиловий або етиловий радикал;

R'' являє собою алкіленову групу з 1-4 атомами вуглецю;

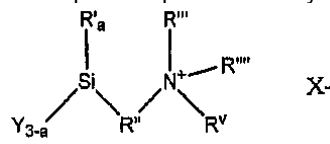
R''', R'''' і R^v являють собою алкільні групи, що містять 1-22 атоми вуглецю, в яких щонайменше одна така група має більше восьми атомів вуглецю, $-\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$, $-\text{CH}_2\text{OH}$ і $-(\text{CH}_2)_x\text{NHC(O)R}^{\text{vi}}$, в яких x дорівнює 2-10 і R^{vi} є перфторалкільним радикалом, що має 1-12 атомів вуглецю;

X являє собою хлорид, бромід, фторид, йодид, ацетат або тозилат і

Z являє собою позитивно заряджене ароматичне піридинієве кільце формули $\text{C}_5\text{H}_6\text{N}^+$,

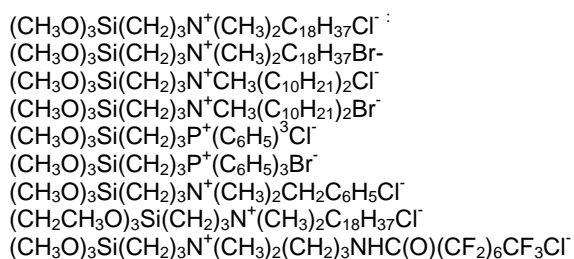
M являє собою Na, K, або Li або H.

В одному переважному варіанті здійснення, іонні кремнійорганічні сполуки формули



в якій R являє собою метил або етил, а дорівнює нулю, R'' являє собою пропілен; R''' являє собою метил або етил; R'''' і R^v являють собою алкільні групи, що містять 1-22 атоми вуглецю, в яких щонайменше одна така група має більше ніж вісім атомів вуглецю, і X являє собою хлорид, ацетат або тозилат; можуть бути розчинені у воді, щоб утворити водні розчини. Водні розчини, що містять ці іонні кремнійорганічні сполуки, можна застосовувати на неорганічних поверхнях для надання водостійкості.

Конкретні приклади таких іонних кремнійорганічних сполук, що входять в обсяг даного винаходу, представлені формулами:

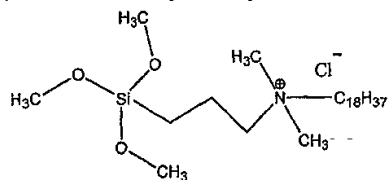


В одному альтернативному варіанті здійснення, іонні кремнійорганічні сполуки, що відповідають формулам

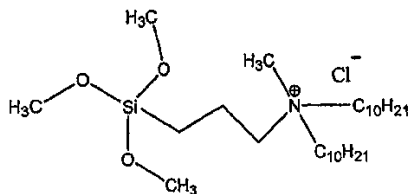
3-(триметоксисиліл)пропілдиметилдодециламонійхлориду,

3-(триметоксисиліл)пропілметилдидециламонійхлориду і

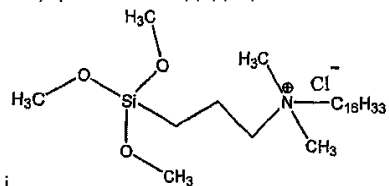
3-(триметоксисиліл)пропілдиметилгексадециламонійхлориду, є особливо придатними для водних розчинів для застосування на неорганічних поверхнях згідно з даним винаходом. Структури цих іонних кремнійорганічних сполук наступні:



3-(триметоксисиліл)пропілдиметилдодециламонійхлорид;



3-(триметоксисиліл)пропілметилдидециламонійхлорид; і



і 3-(триметоксисиліл)пропілдиметилгексадециламонійхлорид.

Композиції згідно з даним винаходом отримують розчиненням іонної кремнійорганічної сполуки у воді. Додатково, більше ніж одну іонну кремнійорганічну сполуку можна розчинити у воді, щоб приготувати водну композицію, що містить більше ніж одну іонну кремнійорганічну сполуку. Крім того, деякі композиції згідно з даним винаходом можуть також містити відомі допоміжні речовини, такі як, наприклад, змочувальні агенти, поверхнево-активні речовини і протимікробні агенти. Ці композиції відповідають місцевим державним або федеральним правилам відносно вмісту летких органіч-

них компонентів (VOC) з необхідними дозами для застосування і можуть використовуватися для великої різноманітності поверхонь відомими способами, включаючи, наприклад, методики з використанням пензля, валика, повітряного розпилення і безповітряного розпилення. Після того, як водну композицію, що містить іонну кремнійорганічну сполуку, застосовують і висушують, отримують оброблену поверхню, що містить захисний водостійкий шар, зв'язаний з субстратом. Хоча вимога не стосується наступного пояснення, вважають, що при сушінні водного іонного кремнійорганічного розчину; молекулярна укладка на поверхні є такою, що іонна група, яка забезпечує розчинність у воді, занурюється глибоко в структуру після того, як силан утворює хімічні зв'язки з неорганічною поверхнею. Крім того, вважають, що довгий ланцюг центральної іонної групи перешкоджає тому, щоб вода проникала до розчинної іонної частини молекули.

Відповідно, даний винахід також стосується оброблених поверхонь, що містять єдиний шар, в якому розчинні компоненти захищаються від води довгими ланцюгами, приєднаними до розчинного компонента.

Будь-якій поверхні з функціональними групами або реакційними центрами, які можуть зв'язуватися з силанолами, отриманими гідролізом силаналкоксигруп, можна надати водовідштовхувальні властивості при обробці водними розчинами даного винаходу. Відповідно, оброблена поверхня згідно з даним винаходом може характеризуватися як поліконденсат і іонної кремнійорганічної сполуки. Деякі відповідні поверхні включають, наприклад, бетон з легкою і важкою вагою, продукти цегельної кладки, гіпс-бетонні блоки, блоки з шлакобетону, блоки з керамічної маси, силікатну цеглу, керамічні дренажні труби, керамічні труби, цеглу з пісковиком, гіпсу і глини, природний камінь і булижники, черепицю, силікатну цеглу, вироби з цементу, шлакоблоки і цеглини, штукатурку, вапняк, щебінь, мармур, рідке цементне тісто, морт, терацо, клінкер, пемзу, землю, кераміку, порцеляну, цеглу повітряного сушіння, корал, доломіт і асфальт. Можна обробити композиціями даного винаходу нецементні поверхні, включаючи, але не обмежуючись ними, перліт, піноскло, вермікуліт, слюду, кремнієву і діатомову землю.

В одному варіанті здійснення, водна іонна кремнійорганічна композиція може містити щонайменше приблизно 0,1% по масі іонної кремнійорганічної сполуки. Додатково, деякі варіанти здійснення можуть містити від приблизно 0,1 до Приблизно 10% по масі іонної органокремнієвої сполуки, тоді як інші можуть містити від приблизно 10 до приблизно 99% по масі або від приблизно 20 до приблизно 60% по масі кремнійорганічної сполуки.

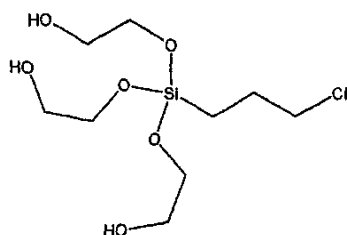
Приклад 1

3-[три-(2-гідроксіетоксисиліл)пропіл]диметилдодециламонійхлорид

У дволітрову, тригорлу колбу, забезпечену холодильником, мішалкою, термометром і дефлегматором, завантажували 360 грам (шість моль)

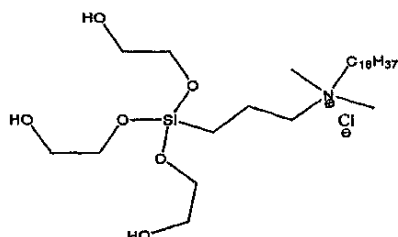
етиленгліколю. До цього розчину додавали по краплях 200 грам 3-хлорпропілтриметоксисилану при 100°C протягом 2 годин. Суміш гріли протягом 6 годин при 100°C, протягом яких виділяли 101 грам матеріалу, насамперед метанолу, що кипить нижче 100°C. Отримували 460 грам неочищеної суміші продуктів.

Основним компонентом неочищеної суміші продуктів був



3-хлорпропіл-три-(2-гідроксіетокси)силан.

У цій же реакційній схемі до розчину неочищеного продукту додавали 265 грам (0,9 моль) октадецилдиметиламіну. Цю суміш гріли при 120°C протягом 20 годин. Через 20 годин реакцію завершували. Титрування зразка суміші продуктів показало, що концентрація хлорид-іону становить 4,35%. Структура основного компонента була



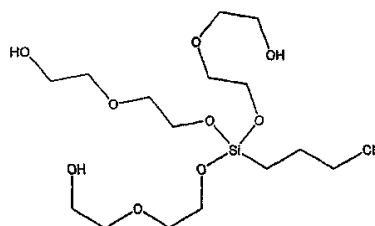
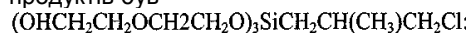
3-[три-(2-гідроксіетокси)силіл] пропілдиметил-октадециламонійхлорид.

Обчислена концентрація хлорид іонів для суміші продуктів була 4,40%. Продукт змішується з водою в будь-яких співвідношеннях.

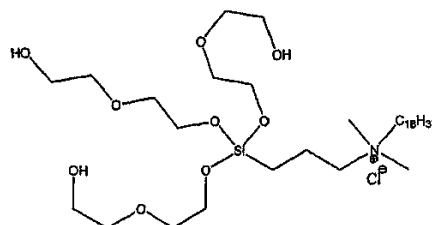
Приклад 2

У дволітрову, тригорлу колбу, забезпечену холодильником, мішалкою, термометром і дефлегматором, завантажували 636 грам (шість моль) діетиленгліколю. До цього розчину додавали по краплях 200 грам 3-хлорпропілтриметоксисилану при 100°C протягом 2 годин. Суміш гріли протягом 6 годин при 125°C, протягом яких виділяли 101 грам матеріалу, насамперед метанолу, що кипить нижче 100°C. Отримували 735 грам неочищеної суміші продуктів.

Основним компонентом неочищеної суміші продуктів був



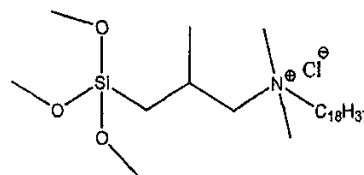
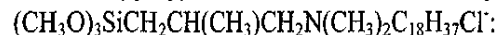
У цій же реакційній схемі, 265 грам (0,9 моль) октадецилдиметиламіну додавали до розчину неочищеного продукту. Цю суміш гріли при 120°C протягом 20 годин. Через 20 годин реакцію завершували. Титрування зразка суміші продуктів показало, що концентрація хлорид-іону становить 2,97%. Структура основного компонента являє собою



Обчислена концентрація хлорид іонів для суміші продуктів була 3,2%. Продукт змішується з водою в будь-яких співвідношеннях. Приклад 3 3-(триметоксисиліл)-2-

метилпропілдиметил-октадециламонійхлорид

У дволітровий реактор під тиском, забезпечений мішалкою, термометром, завантажували 225 грам 3-хлор-2-метилпропілтриметоксисилану (1,1 моль), 295 грам диметил-октадециламіну (1,0 моль) і 100 грам метанолу. Суміш гріли протягом 30 годин при 120°C. Через 30 годин реакцію завершували. Титрування зразка суміші продуктів показало, що концентрація хлорид-іону становить 5,62%. Структура основного компонента була



3-(триметоксисиліл)-2-метилпропілдиметил-октадециламонійхлорид.

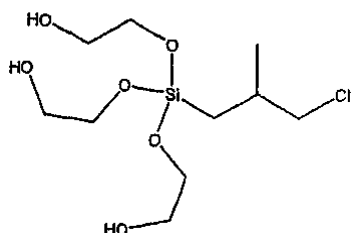
Обчислена концентрація хлорид іонів для суміші продуктів була 5,71%. Продукт змішується з водою в будь-яких співвідношеннях.

Приклад 4

3-[три-(2-гідроксіетокси)силіл]-2-метилпропілдиметил-октадециламонійхлорид

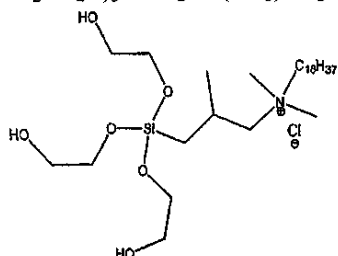
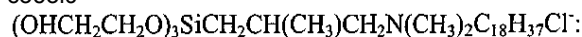
У дволітрову тригорлу колбу, забезпечену холодильником, мішалкою, термометром і дефлегматором, завантажували 360 грам (шість моль) етиленгліколю. До цього розчину додавали по краплях 212 грам 3-хлор-2-метилпропілтриметоксисилану при 100°C протягом 2 годин. Суміш гріли протягом 6 годин при 100°C, протягом яких виділяли 101 грам матеріалу, насамперед метанолу, що кипить нижче 100°C. Отримували 470 грам неочищеної суміші продуктів.

Структура основного транс-естерифікованого продукту була



3-хлор-2-метоксипропіл-три-(2-гідроксіетокси)силан

У цій же реакційній схемі, до розчину неочищеного продукту додавали 265 грам (0,9 моль) октадецилдиметиламіну. Цю суміш гріли при 120°C протягом 20 годин. Через 20 годин реакцію завершували. Титрування зразка суміші продуктів показало, що концентрація хлориду-іону становить 4,17%. Структура основного компонента являє собою

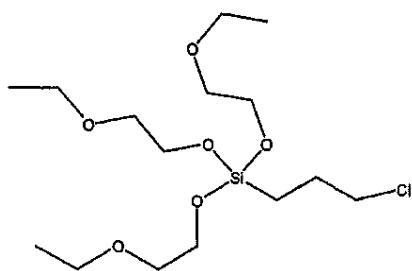
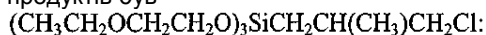


3-[три-(2-гідроксіетокси)силіл]-2-метилпропілдиметилוקтадециламонійхлорид

Обчислена концентрація хлорид іонів для суміші продуктів становила 4,32%. Продукт змішується з водою в будь-яких співвідношеннях.

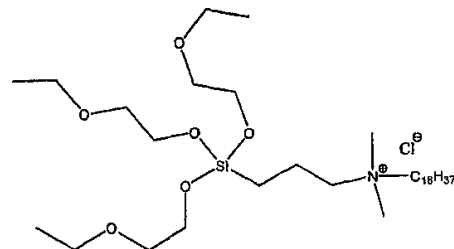
Приклад 5

У дволітрову тригорлу колбу, забезпечену холодильником, мішалкою, термометром і дефлегматором, завантажували 540 грам (шість моль) моноетилового ефіру етиленгліколю. До цього розчину додавали по краплях 200 грам 3-хлорпропілтриметоксисилану при 100°C протягом 2 годин. Суміш гріли протягом 6 годин при 125°C, протягом яких виділяли 101 грам матеріалу, насамперед метанолу, що кипить нижче 100°C. Отримували 735 грам неочищеної суміші продуктів. Основним компонентом неочищеної суміші продуктів був



3-хлорпропілтри(2-етоксіетокси)силан

У цій же реакційній схемі, до розчину неочищеного продукту додавали 265 грам (0,9 моль) октадецилдиметиламіну. Цю суміш гріли при 120°C протягом 20 годин. Через 20 годин реакцію завершували. Титрування зразка суміші продуктів показало, що концентрація хлориду-іону становить 3,45%. Структура основного компонента була $(\text{CH}_2\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O})_3\text{SiCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{Cl}^+$:



3-[три-(2-етоксіетокси)силіл]пропілдиметилуктадециламонійхлорид

Обчислена концентрація хлорид іонів для суміші продуктів була 3,52%. Продукт змішується з водою в будь-яких співвідношеннях.

Приклад 6

Велику кількість водних розчинів з 0,1-5,0% по масі 3-(триметоксисиліл)пропілдиметилуктадециламонійхлориду готували

розчиненням його у водопровідній воді. Субстрати, які треба було обробити, включали частини бетонного блоку, цементний лист, гіпс верхньої поверхні пласки і пісковик. Ці матеріали зважували і сушили в печі при 100°C до досягнення постійної ваги. Потім частини зважували і витримували в 1-см води протягом 1 години, зважували знову і сушили в 100°C печі до досягнення постійної ваги. У цей час окремі частини зважували, змочували розчином водовідштовхувального засобу протягом 20 секунд і потім сушили, і в кінці повторно зважували. Оброблені зразки витримували в 1-см води протягом 1 години і зважували. Процент запобігання водопритоку для кожного експерименту представлений в таблиці I, в якій процент запобігання водопритоку розраховували наступним способом:

(поглинання води необробленим субстратом - поглинання води обробленим субстратом) × 100 / поглинання води необробленим субстратом.

Таблиця І

(%) Запобігання водопритоку при різних концентраціях

Запобігання водопритоку (%)								
Концентрація	0,1	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,5	5,0
Бетонний блок	60	68	72	82	87	89	85	82
Цементний лист	59	67	73	88	87	89	88	83
Гіпс верхньої поверхні пласта	70	73	75	82	86	90	89	83
Пісковик	69	76	78	93	93	92	91	91

Ці результати показують, що 1,5 3,5% по масі розчини забезпечують чудову гідрофобність для більшості субстратів.

Приклад 7

Для випробування використовували стандартні М20 зразки цегли. Цеглини стандартного розміру нарізували на три рівні частини для випробувань. Розміри шматків пісковика становили 7-см×6-см×7-см. Необроблений контрольний зразок використовувався для порівняння і обчислення запобігання водопритоку. Зразки чистили дротиним йоржиком і тканиною. Частини зважували і сушили в печі при 100°C до досягнення постійної ваги. Поглинання води визначали методиками, встановленими згідно з ASTM D-6489. Частини зважували і витримували в 1-см води протягом 24 годин, зважували знову і сушили в 100°C печі до досягнення постійної ваги. Потім частини обробляли водовідштовхувальним засобом, як описано в прикладі 6. Потім змочували в 1-см води протягом 24 годин і частини зважували знову. Поглинання води, процент абсорбції води (поглинання води × 100/вага сухого зразка) і % запобігання водопритоку обчислювали таким чином:

(поглинання води контрольного зразка - поглинання води обробленого зразка) × 100 / поглинання води контрольного зразка.

2,5% по масі розчин 3-(триметоксисил)пропільдиметилпентадециламонійхлориду готували розчиненням його у водопровідній воді. Три зразки кожного субстрату обробляли шляхом занурення протягом 20 секунд. Зразки витримували протягом 24 годин. Потім їх сушили в печі при 100°C протягом 1 години. Після видалення з печі, перед виконанням вимірювань, зразки залишали до досягнення ними кімнатної температури. Поглинання води визначали, використовуючи ASTM спосіб D6489. Обчислені результати середнього значення трьох зразків зводили в таблицю II.

Таблиця II

Запобігання водопритоку на основі ASTM D6489

Субстрат	Запобігання водопритоку (%)
Бетонний блок (М20)	89
Цегла	90
Пісковик	85
Цементний лист	80

Приклад 8

Гідрравлічне рилемове випробування на проникнення води (тест II.4)

2,5%

розчин

3-

(триметоксисил)пропільдиметилпентадециламонійхлориду готували розчиненням його у водопровідній воді. Три зразки кожного субстрату обробляли шляхом занурення протягом 20 секунд. Зразки витримували протягом 24 годин. Потім їх сушили в печі при 100°C протягом 1 години. Після видалення з печі, зразки залишали до досягнення ними кімнатної температури перед виконанням вимірювань. Трубку для захоплення прикріплювали до поверхні субстрату вставленням стрічки ущільнювача між круглою кромкою трубки і поверхнею матеріалу цегельної кладки при тиску, що використовується. Потім додавали воду в отвір в трубці до досягнення нею нульової поділки шкали. Кількість води, абсорбованої субстратом за 20 хвилин, визначали по поділках шкали трубки. Дані представлені в таблиці III, в якій показані мілілітри (мл), поглинені за 20 хвилин.

Таблиця III

Гідрравлічне рилемове випробування на проникнення води (тест II.4)

Субстрат	Поглинання води за 20 хвилин без обробки мл	Поглинання води при обробці 2,5% розчином мл
Бетонний блок (М20)	8,0	0,2
Цегла	40	0,2
Пісковик	20	од
Цементний лист	10	0,3

Приклад 9

Глибина проникнення

2,5%

розчин

3-

(триметоксисил)пропільдиметилпентадециламонійхлориду готували розчиненням його у водопровідній воді. Три зразки кожного субстрату обробляли шляхом занурення зразка протягом 20 секунд. Зразки витримували протягом 24 годин. Потім їх сушили в печі при 100°C протягом 1 години. Після видалення з печі, зразки залишали до досягнення ними кімнатної температури перед виконанням вимірювань. Кожний зразок поздовжньо розколювали, використовуючи молоток і долото. Одну частину кожного зразка помішували відламанною поверхнею в роз-

чин барвника, розчинного у воді. Тільки необроблена частина кожного зразка абсорбувала розчин і ставала забарвленою. Глибину проникнення вимірювали по поверхні аж до забарвленої ділянки. Середнє проникнення представлене в таблиці IV.

Таблиця IV

Глибина проникнення

Субстрат	Глибина проникнення при обробці 2,5% розчином	Час обробки (секунд)	Кількість абсорбованого розчину (%)
Бетонний блок (М20)	6	20	1
Цегла	10	20	2
Пісковик	3	20	0,3

Приклад 10

Випробування на капілярну абсорбцію

Після приведення до необхідних умов, зразки обробляють і необробленого бетонних кубів використовували в подальшому експерименті. Записували первинні ваги всіх кубів. Зважені зразки вміщували в контейнер на пористій підкладці, приготованій з декількох шарів фільтрувального паперу. Товщина шарів була приблизно 1 см. Шари фільтрувального паперу забезпечували безпосередній і безперервний контакт між водою і тільки тією поверхнею, на якій лежали зразки. Повільно виливали в контейнер водопровідну воду до повного насичення паперу. Рівню води не дозволяли піднятися вище верхньої границі шарів. Для кращого випаровування води, контейнер накривали скляною пластинкою.

Для оцінки капілярної абсорбції води зразки видаляли з контейнера через одну годину. Після обтирання поверхні в контакт з водою вологою тканиною, кожний зразок зважували. Отримані результати представлені в таблиці V.

Таблиця V

Капілярна абсорбція

Субстрат	Кількість абсорбованої води без обробки (%)	Кількість абсорбованої води при обробці 2,5% розчином
Бетонний блок (М20)	5	<0,1
Цегла	10	<0,1

Приклад 11

Стандартні М20 зразки цегли використовували для додаткового випробування. Необроблений контрольний зразок використовувався для порівняння і обчислення запобігання водопритоку. Зразки чистили дротяним йоржиком і тканиною. Частини зважували і сушили в печі при 100°C до досягнення постійної ваги. Поглинання вологи визначали методиками, встановленими згідно з ASTM D-6489. Частини зважували і витримували в

1-см води протягом 24 годин, зважували знову і сушили в 100°C печі до досягнення постійної ваги. Потім частини обробляли водовідштовхувальним засобом, як описано в прикладі 6. Потім змочували в 1-см води протягом 24 годин і частини зважували знову.

2,5% розчин 3-

(триметоксисиліл)пропілметилдидециламоніхлориду готували розчиненням його у водопровідній воді. Три зразки обробляли шляхом занурення протягом 20 секунд. Зразки витримували протягом 24 годин. Потім їх сушили в печі при 100°C протягом 1 години. Зразки залишали до досягнення ними кімнатної температури перед виконанням вимірювань. Поглинання вологи, процент абсорбції води (поглинання вологи×100/вага сухого зразка) і % запобігання водопритоку обчислювали таким чином:

(поглинання вологи контрольного зразка - поглинання вологи обробленого зразка)×100/поглинання вологи контрольного зразка.

Середнє значення запобігання водопритоку, виміряне для трьох зразків, було 87%.

Приклад 12

Стандартні М20 зразки цегли використовували для додаткового випробування. Необроблений контрольний зразок використовувався для порівняння і обчислення запобігання водопритоку. Зразки чистили дротяним

йоржиком і тканиною. Частини зважували і сушили в печі при 100°C до досягнення постійної ваги.

2,5% розчин 3-

(триметоксисиліл)пропілдиметилгексадециламоніхлориду готували розчиненням його у водопровідній воді. Три зразки обробляли шляхом занурення протягом 20 секунд. Зразки витримували протягом 24 годин. Потім їх додатково сушили в печі при 100°C протягом 1 години. Зразки залишали до досягнення ними кімнатної температури перед виконанням вимірювань. Поглинання вологи, процент абсорбції води (поглинання вологи×100/вага сухого зразка) і % запобігання водопритоку обчислювали таким чином:

(поглинання вологи контрольного зразка - поглинання вологи обробленого зразка)×100/поглинання вологи контрольного зразка.

Середнє значення запобігання водопритоку, виміряне для трьох зразків, було 85%.

Приклад 13

Стандартні М20 зразки цегли використовували для додаткового випробування. Необроблений контрольний зразок використовувався для порівняння і обчислення запобігання водопритоку. Зразки чистили дротяним йоржиком і тканиною. Частини зважували і сушили в печі при 100°C до досягнення постійної ваги. 2,5% розчин готували розчиненням продукту, отриманого в прикладі 1, у водопровідній воді. Три зразки обробляли шляхом занурення їх у водний розчин протягом 20 секунд. Зразки витримували протягом 48 годин. Потім їх додатково сушили в печі при 100°C протягом 1 години. Зразки залишали до досягнення ними кімнатної температури перед виконанням вимірювань. Поглинання вологи, процент абсорбції води (поглинання вологи×100/вага сухого зразка) і %

запобігання водопритоку обчислювали таким чином: (поглинання води контрольного зразка - поглинання води обробленого зразка) $\times 100$ / поглинання води контрольного зразка.

Середнє значення запобігання водопритоку, виміряне для трьох зразків, було 91%.

Приклад 14

Стандартні М20 зразки цегли використовували для додаткового випробування. Необроблений контрольний зразок використовувався для порівняння і обчислення запобігання водопритоку. Зразки чистили дрітним йоржиком і тканиною. Частини зважували і сушили в печі при 100°C до досягнення постійної ваги. 2,5% розчин готували розчиненням продукту, отриманого в прикладі 2, у водопровідній воді. Три зразки обробляли шляхом занурення їх у водний розчин протягом 20 секунд. Зразки витримували протягом 5 днів. Потім їх додатково сушили в печі при 100°C протягом 1 години. Зразки залишали до досягнення ними кімнатної температури перед виконанням вимірювань. Поглинання води, процент абсорбції води (поглинання води $\times 100$ / вага сухого зразка) і % запобігання водопритоку обчислювали таким чином: (поглинання води контрольного зразка - поглинання води обробленого зразка) $\times 100$ / поглинання води контрольного зразка.

Середнє значення запобігання водопритоку, виміряне для трьох зразків, було 81%.

Приклад 15

Стандартні М20 зразки цегли використовували для додаткового випробування. Необроблений контрольний зразок використовувався для порівняння і обчислення запобігання водопритоку. Зразки чистили дрітним йоржиком і тканиною. Частини зважували і сушили в печі при 100°C до досягнення постійної ваги. 2,5% розчин готували розчиненням продукту, отриманого в прикладі 4, у водопровідній воді. Три зразки обробляли шляхом занурення їх у водний розчин протягом 20 секунд. Зразки витримували протягом 48 годин. Потім їх додатково сушили в печі при 100°C протягом 1 години. Зразки залишали до досягнення ними кімнатної температури перед виконанням вимірювань. Поглинання води, процент абсорбції води

(поглинання води $\times 100$ / вага сухого зразка) і % запобігання водопритоку обчислювали таким чином: (поглинання води контрольного зразка - поглинання води обробленого зразка) $\times 100$ / поглинання води контрольного зразка.

Середнє значення запобігання водопритоку, виміряне для трьох зразків, було 93%.

Приклад 16

Стандартні М20 зразки цегли використовували для додаткового випробування. Необроблений контрольний зразок використовувався для порівняння і обчислення запобігання водопритоку. Зразки чистили дрітним йоржиком і тканиною. Частини зважували і сушили в печі при 100°C до досягнення постійної ваги. 2,5% розчин готували розчиненням продукту, отриманого в прикладі 5, у водопровідній воді. Три зразки обробляли шляхом занурення їх у водний розчин протягом 20 секунд. Зразки витримували протягом 48 годин. Потім їх додатково сушили в печі при 100°C протягом 1 години. Зразки залишали до досягнення ними кімнатної температури перед виконанням вимірювань. Поглинання води, процент абсорбції води (поглинання води $\times 100$ / вага сухого зразка) і % запобігання водопритоку обчислювали таким чином: (поглинання води контрольного зразка - поглинання води обробленого зразка) $\times 100$ / поглинання води контрольного зразка.

Середнє значення запобігання водопритоку, виміряне для трьох зразків, було 93%.

Багато модифікацій і інші варіанти здійснення даного винаходу, викладені в даному описі, придуть в голову фахівцям в даній галузі техніки, для яких ці винаходи належать до ідей, що мають переваги, представлених попередніми описами і пов'язаними з ними ілюстраціями. Отже, ясно, що дані винаходи не обмежуються описаними конкретними варіантами здійснення і що модифікації і інші варіанти здійснення, як передбачається, включені в обсяг прикладеної формули винаходу. Хоча в даному описі використовують спеціальні терміни, вони використовуються тільки в загальному і описовому значенні і не з метою обмеження.