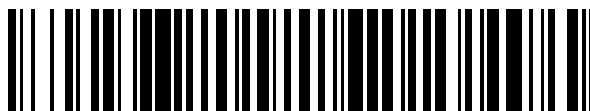


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 524 299**

51 Int. Cl.:

C08G 77/46 (2006.01)

C08L 83/12 (2006.01)

D06M 15/647 (2006.01)

D06M 15/657 (2006.01)

D06M 15/643 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.11.2004 E 04798171 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.09.2014 EP 1799750**

54 Título: **Siloxanos poliéter-funcionales, composiciones con contenido en poliéter-siloxanos, métodos para su producción y su uso**

30 Prioridad:

08.10.2004 DE 102004049427

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

05.12.2014

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**MÜH, EKKEHARD;
JENKNER, PETER;
PREISENBERGER, MAX y
STANDKE, BURKHARD**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 524 299 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Siloxanos poliéter-funcionales, composiciones con contenido en poliéter-siloxanos, métodos para su producción y su uso

5 La presente invención se refiere a nuevos siloxanos poliéter-funcionales, a composiciones correspondientes, a la producción de los mismos y a su uso.

10 Organosilanos y siloxanos organo-funcionales son compuestos importantes hoy en día por ser capaces de cambiar las propiedades de las superficies de sustratos.

15 Así, por ejemplo, aminosilanos tales como DYNASYLAN® AMEO o disoluciones diluidas en agua de los mismos se utilizan para el revestimiento de fibras de vidrio con el fin de hacerlos compatibles y reactivos frente a resinas orgánicas.

En el contexto de las tecnologías más recientes, el documento US 6 716 771 describe la hidrofiliación de las superficies de dieléctricos hidrófobos mediante el proceso CMP utilizando sistemas especiales de silano amino-funcional.

20 En los casos en los que el alcohol no debe ser liberado durante la aplicación, lo cual tiene lugar generalmente durante la hidrólisis y condensación de alcoxisilanos, también es posible utilizar, alternativas especiales a base de agua, esencialmente libres de disolventes, tales como, por ejemplo, DYNASYLAN® 1151.

25 La producción de composiciones acuosas con contenido en organopolisilano se describe, entre otros, en los documentos EP 1 031 593, EP 0 716 128, EP 0 716 127, EP 0 832 911 y EP 1 101 787. Es un aspecto común de todas las descripciones que la solubilidad en agua de tales sistemas es provocada por la presencia de grupos amino-funcionales en los que los organosiloxanos y/o las sales de aminoácidos correspondientes, tales sistemas de siloxano solubles en agua están presentes en forma virtualmente hidrolizada por completo en una preparación acuosas. Además de sus propiedades químicas, tales sistemas acuosos tienen la ventaja de un contenido comparativamente bajo en VOC (VOC = siglas inglesas de compuestos orgánicos volátiles).

30 Por un lado, los silanos amino-funcionales y siloxanos pueden cambiar ventajosamente las propiedades de la superficie de sustratos. Sin embargo, la funcionalidad amino puede, por otro lado, debido a su nucleofilia y a la reactividad asociada con la misma, provocar también efectos no deseados, p. ej., provocar un curado de la resina no deseado. Además, las capas que contienen compuestos con grupos amino tienen una tendencia a expandirse en una atmósfera húmeda.

35 Poliéter-silanos monoméricos son conocidos per se (documentos DE 26 32 719, EP 0 387 689). Se hace una distinción, en principio, entre poliéter-silanos con grupo hidroxí terminal y poliéter-silanos que están rematados con un grupo alquilo, arilo, alquenoilo o alquinilo. Los poliéter-silanos con grupo hidroxí terminal o disoluciones acuosas de los mismos tal como se describen, por ejemplo, en el documento US 5 629 437, conducen, debido a la fuerte polaridad, en particular debido a los grupos hidroxí terminales, a problemas de aplicación que son equiparables a los de aminosilanos.

45 El objeto de la invención era proporcionar una forma adicional de permitir ajustar propiedades de la superficie a ser ajustado de una manera dirigida. En particular, el objetivo era mejorar la capacidad de humectación de superficies de sustrato.

50 El conjunto objeto se consigue de acuerdo con la invención de acuerdo con las características de las reivindicaciones.

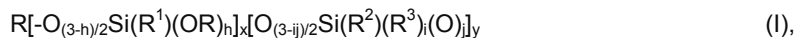
Sorprendentemente, se ha encontrado que nuevos organosiloxanos poliéter-funcionales de acuerdo con la fórmula I que figura más adelante y/o mezclas correspondientes de organosiloxanos (también denominadas poliéter-siloxanos más adelante) se pueden utilizar ventajosamente como tales, disueltos en agua y/o alcohol, en una mezcla con al menos un organoalcoxisilano monomérico o preparación correspondiente basada en el mismo o el tratamiento selectivo de superficies de sustrato.

60 En particular, el alcohol de la hidrólisis puede ser separado del sistema de disoluciones acuosas de los presentes poliéter-siloxanos de acuerdo con la fórmula I, por ejemplo mediante destilación, dando ventajosamente un agente a base de agua, homogénea, esencialmente libre de disolvente, es decir, de bajo contenido en VOC y no contaminante y fácil de usar para la modificación selectiva de superficies de sustrato.

Los presentes nuevos poliéter-siloxanos y composiciones que comprenden dichos siloxanos poliéter-funcionales, por otra parte, provocan una humectabilidad particularmente buena de superficies de sustratos tratadas.

65

La presente invención proporciona, por lo tanto, un siloxano poliéter-funcional lineal, cíclico o ramificado o una mezcla de siloxanos poliéter-funcionales de la fórmula general I

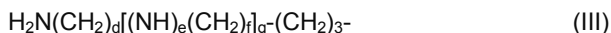


en la que los grupos R son idénticos o diferentes y R es esencialmente H, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, t-butilo, 2-metoxietilo o 2-hidroxietilo o, en el caso de siloxanos cíclicos, puede ser un radical sililo de las unidades de sililo de la fórmula I, los grupos R¹ son idénticos o diferentes y R¹ es un grupo poliéter bloqueado terminalmente de la fórmula II,



en donde R⁴ es un grupo alquilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, preferiblemente metilo, o un grupo alqueno que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, preferiblemente vinilo o alquilo, o un grupo arilo que tiene de 6 a 12 átomos de carbono, preferiblemente bencilo o fenilo o estirilo, los grupos R⁵ son idénticos o diferentes y R⁵ es un grupo alquilo bivalente que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, preferiblemente metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo o t-butilo, y R⁶ es un grupo alquilo bivalente que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, preferiblemente etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo e isobutilo y n es de 1 a 200, preferiblemente de 1 a 100, de manera particularmente preferida de 2 a 40, en particular de 3 a 30, y m es 0 ó 1,

los grupos R² son idénticos o diferentes y R² es un grupo alquilo que tiene de 1 a 18 átomos de carbono, opcionalmente sustituido, lineal, ramificado o cíclico, preferiblemente metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-propilo, n-butilo, isobutilo, n-octilo, isooctilo, n-hexadecilo, n-octadecilo o fluoroalquilo, por ejemplo - pero no exclusivamente - tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octilo, o un grupo mercaptoalquilo, preferiblemente 3-mercaptopropilo, o un grupo alqueno que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, preferiblemente vinilo, o un grupo alquino que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, o un grupo arilo que tiene 6 a 12 átomos de carbono, preferiblemente bencilo, fenilo o estirilo, o un grupo aminoalquilo de la fórmula general III

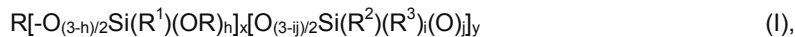


en donde 0 ≤ d ≤ 6, 0 ≤ f ≤ 6, en que e es 0 si d es 0, entonces g es 1, en que e es 1, si d es > 0, entonces g es 1 ó 2, preferiblemente 3-aminopropilo, N-(2-aminoetil)-3-aminopropilo, 3-[2[(2-aminoetilamino)etilamino]propilo, o un grupo N-alquilaminoalquilo, preferentemente N-(n-butil)-3-aminopropilo, o un grupo epoxialquilo, preferiblemente 3-glicidiloxipropilo, y un grupo acriloxialquilo, preferiblemente 3-metacriloxipropilo, y R³ es un grupo alquilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico preferiblemente metilo, h, i y j, independientemente uno de otro, son los números 0 ó 1, x es un número de 1 a 50, preferiblemente de 2 a 20, de manera particularmente preferida de 3 a 10, e y es un número de 0 a 50, preferiblemente de 1 a 20, de manera particularmente preferida de 3 a 10, en que (x + y) es ≥ 2 cuando y es > 0 y (x + y) es > 2 cuando y = 0.

Los poliéter-siloxanos y mezclas de poliéter-siloxano de acuerdo con la invención son líquidos generalmente transparentes a opacos, de ligera a moderadamente viscosos.

Además, poliéter-siloxanos y mezclas de poliéter-siloxanos de acuerdo con la invención ventajosamente se pueden diluir, en particular - pero no exclusivamente - con agua y/o un alcohol. También se pueden añadir componentes adicionales a las composiciones obtenidas de esta manera. Además, poliéter-siloxanos de acuerdo con la invención o sus composiciones acuosas o con contenido en alcohol también se puede añadir a otras composiciones de tratamiento de superficies como un componente adicional.

Por lo tanto, consiguiente, la presente invención también proporciona una composición que comprende al menos un alcohol, preferiblemente metanol, etanol y/o isopropanol, y una mezcla de siloxanos de acuerdo con la invención de la fórmula general I

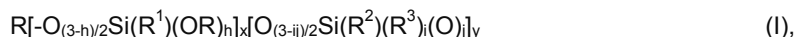


como ya se ha explicado anteriormente con más detalle.

Aquí se da preferencia a composiciones alcohólicas que tienen un contenido en ingrediente activo de siloxanos de

acuerdo con la fórmula I de 0,5 a 99,95% en peso, preferiblemente de 1 a 99,9% en peso, de manera particularmente preferida de 5 a 99,5% en peso, en particular de 10 a 98% en peso, basado en la composición.

5 La presente invención proporciona asimismo una composición que comprende agua y una mezcla de siloxanos de acuerdo con la invención de la fórmula general I

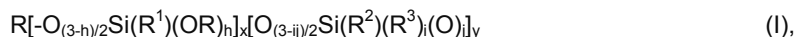


10 como ya se ha explicado anteriormente con más detalle.

Preferiblemente, una composición acuosa de acuerdo con la invención tiene un contenido en ingrediente activo de siloxanos de acuerdo con la fórmula I de 1 a 80% en peso, de manera particularmente preferida de 5 a 70% en peso, en particular de 20 a 60% en peso, basado en la composición.

15 Composiciones acuosas de este tipo se pueden obtener adecuadamente en forma de líquidos, por lo general de transparentes a opacos, fácilmente móviles a moderadamente viscosos mezclando poliéter-siloxanos de la invención de acuerdo con la fórmula I con agua. Además, el alcohol de la hidrólisis producido durante la dilución se puede separar adecuadamente, al menos en parte, mediante destilación, en caso apropiado con fraccionamiento y bajo presión reducida. Tales composiciones de acuerdo con la invención que, por lo demás, están esencialmente libres de disolventes orgánicos tienen generalmente un contenido en alcohol de menos de 5% en peso, preferiblemente < 2% en peso, de manera particularmente preferida ≤ 0,5% en peso, en particular ≤ 0,1% en peso, basado en la composición. Aquí y más adelante, los constituyentes de una composición en cada caso totalizan 100% en peso.

25 La presente invención proporciona, además, una composición que comprende una mezcla de siloxanos de acuerdo con la invención de la fórmula general I



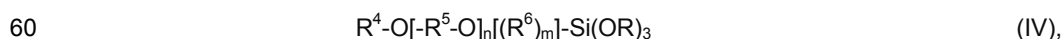
30 y al menos un organoalcoxilano de la serie de alquilalcoxilanos, preferiblemente metiltrimetoxisilano, metiltrietoxisilano, n-propiltrimetoxisilano, n-propiltrietoxisilano, isobutiltrimetoxisilano e isobutiltrietoxisilano, arilalcoxilanos, preferiblemente feniltrimetoxisilano y feniltrietoxisilano, ésteres silícicos, preferentemente tetrametoxisilano, tetraetoxisilano y tetrapropiloxisilano, fluoroalquilalcoxilanos, preferiblemente tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octiltrimetoxisilano y tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octiltrietoxisilano, aminoalquilalcoxilanos, preferiblemente 3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropiltrietoxisilano, N-(2-amino-etil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, N,N bis(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, N-[N'-(2-aminoetil)-2-aminoetil]-3-aminopropiltrimetoxisilano y N-(n-butyl)-3-aminopropiltrimetoxisilano, glicidiloxialquilalcoxilanos, preferiblemente 3-glicidiloxipropiltrimetoxisilano y 3-glicidiloxipropiltrietoxisilano, metacriloxialquilalcoxilanos, preferiblemente 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano y 3-metacriloxi-isobutiltrimetoxisilano, mercaptoalquilalcoxilanos, preferiblemente 3-mercaptotrimetoxisilano, o vinilalcoxilanos, preferiblemente viniltrimetoxisilano, viniltrietoxisilano y viniltris(2-metoxietoxi)silano, o una mezcla de al menos dos de los alcoxilanos anteriormente mencionados.

45 Además de los poliéter-siloxanos de acuerdo con la invención, las composiciones de acuerdo con la invención pueden comprender ventajosamente al menos un organoalcoxilano o hidrolizados correspondientes en una cantidad de 0,1 a 99,9% en peso, preferiblemente de 99,8 a 90% en peso y de 10 a 0,5% en peso, de manera particularmente preferida de 99,5 a 95% en peso y de 5 a 1% en peso, en particular de 99,2 a 98% en peso y de 4 a 2% en peso, basado en la composición.

50 Además, esas composiciones de acuerdo con la invención, que contienen organosilano monomérico, también tienen adecuadamente una mezcla de siloxanos de acuerdo con la fórmula I en una cantidad de 0,1 a 99,9% en peso, basado en la composición. A este respecto, se da preferencia a contenidos de poliéter-siloxanos de acuerdo con la invención de 0,2 a 10% en peso y de 90 a 99,5% en peso, de manera particularmente preferida de 0,5 a 5% en peso y de 95 a 99% en peso, en particular de 0,8 a 2% en peso y de 96 a 98% en peso, basado en la composición.

55 La presente invención proporciona, además, un método de producir poliéter-siloxanos de acuerdo con la invención o una composición que contiene poliéter-siloxano de acuerdo con la invención mediante hidrólisis selectiva, condensación o co-condensación de al menos un silano hidrolizable monomérico, en el que

(i) al menos un poliéter-alcoxilano de la fórmula general IV



en la que los grupos R son idénticos o diferentes y R es metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, t-butilo, 2-metoxietilo o 2-hidroxietilo, R⁴ es un grupo alquilo que tiene 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, o un grupo alquenilo

que tiene de 2 a 8 átomos de carbono o un grupo arilo que tiene 6 a 12 átomos de carbono, los grupos R⁵ son idénticos o diferentes, y R⁵ es un grupo alquilo bivalente que tiene 1 a 8 átomos de carbono lineal, ramificado o cíclico y

5 R⁶ es un grupo alquilo bivalente que tiene 1 a 8 átomos de carbono lineal, ramificado o cíclico y n es de 1 a 200, preferiblemente de 1 a 100, de manera particularmente preferida de 2 a 40, en particular de 3 a 30, y m es 0 ó 1,

o

10 (ii) al menos un poliéter-alcoxisilano de la fórmula IV precedente y al menos un organoalcoxisilano de la fórmula general V



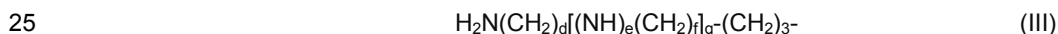
15 en la que los grupos R son idénticos o diferentes y R es metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, t-butilo, 2-metoxietilo o 2-hidroxietilo,

los grupos R² son idénticos o diferentes y R² es un grupo alquilo que tiene 1 a 18 átomos de carbono lineal, ramificado o cíclico, opcionalmente sustituido, o

20 un grupo mercaptoalquilo o un grupo alqueno que tiene de 2 a 8 átomos de carbono o

un grupo alquino que tiene 2 a 8 átomos de carbono o un grupo arilo que tiene de 6 a 12 átomos de carbono o

un grupo aminoalquilo de la fórmula general III



en que $0 \leq d \leq 6$, $0 \leq f \leq 6$, en que e es 0, si d es 0, entonces g es 1, en que e es 1, si d es > 0, entonces g es 1 ó 2, o

30 un grupo N-alquilaminoalquilo o un grupo epoxialquilo o

un grupo acriloxialquilo y R³ es un grupo alquilo que tiene 1 a 8 átomos de carbono lineal, ramificado o cíclico e i es 0 ó 1,

se hace reaccionar con 0,3 a 150 moles de agua por mol de silano.

35 Preferiblemente, la reacción de acuerdo con la invención se lleva a cabo mediante la adición de 0,5 a 100 moles, de manera particularmente preferida de 1 a 80 mol, de manera muy particularmente preferida de 5 a 60 mol, en particular de 10 a 50 mol de agua.

Este método generalmente da un líquido de transparente a opaco, de ligera a moderadamente viscoso.

40 Además, la reacción de acuerdo con la invención puede llevarse a cabo en presencia de un catalizador de hidrólisis y/o condensación, por ejemplo en presencia de un ácido orgánico o inorgánico o una base. Preferiblemente - pero no de forma exclusiva - es posible utilizar ácido fórmico, ácido acético, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido fosfórico o amoníaco, hidróxidos de metales alcalinos tales como NaOH, KOH, LiOH, hidróxidos de metales alcalinotérreos tales como Ca(OH)₂, aminas tales como trietilamina, alcóxidos tales como NaOCH₃, NaOC₂H₅, (Mg(OCH₃)₂), en particular ácidos o bases acuosos correspondientes, y disoluciones acuosas o alcohólicas correspondientes.

45 Además, un disolvente inerte, por ejemplo un alcohol correspondiente con respecto a las sustancias de alimentación, preferiblemente metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, 2-metiletanol o una mezcla de los mismos, se puede añadir a la mezcla de reacción de la reacción de acuerdo con la invención.

Además, en el método de acuerdo con la invención, la reacción se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 10 a 100°C, preferiblemente a 30 hasta 90°C, en particular a 50 hasta 80°C.

55 Además de ello, la reacción de acuerdo con la invención se lleva a cabo adecuadamente a un pH en el intervalo de 1 a 12, preferiblemente de 2 a 6 y de 8 a 11, en particular de 3 a 5 y de 9 a 10,5. Para esto, es posible utilizar los métodos conocidos per se para la determinación del pH, por ejemplo papel de pH, métodos químicos con indicadores o métodos potenciométricos tales como electrodos de pH (véase también R. Degner, S. Leibl, "pH messen. So wird's gemacht" (Medir el pH. Así se hace), VCH, Weinheim, 1995).

60 En el método de acuerdo con la invención, el silano de la fórmula general IV utilizado es preferiblemente al menos un poliéter-silano monomérico de la serie de 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propiltrialcoxisilano, 3-[poli(propilenglicol)-monometil-éter]propiltrialcoxisilano, 3-[poli(etilenglicol)glicol-co-propilenglicol]monometil-éter]propiltrialcoxisilano o una mezcla de al menos dos de los poliéter-alcoxisilanos, prefiriéndose aquí grupos alcoxi

de la serie metoxi, etoxi y propoxi.

En particular, se da preferencia aquí a poliéter-silanos de acuerdo con la fórmula IV, tal como 3-[(polietilenglicol)-monometil-éter]propiltrimetoxisilano, 3-[(polietilenglicol)-monometil-éter]propiltrimetoxisilano, 2-[(polietilenglicol)monometil-éter]etiltrimetoxisilano, 3-[(polietilenglicol)-monobutil-éter]propiltrimetoxisilano y 5-[(polietilenglicol)-monometil-éter]pentiltrimetoxisilano, como materiales de partida.

Poliéter-silanos monoméricos de este tipo son generalmente una mezcla, en donde los grupos poliéter con bloqueo terminal tienen adecuadamente un grado medio de polimerización de las unidades repetitivas de 3 a 30, y donde el ancho de banda de las especies individuales, determinada por métodos analíticamente estándar, por ejemplo por espectroscopia de masas, oscila entre preferiblemente 1 y 100, de manera particularmente preferida de 3 a 50, en particular de 4 a 40.

Además, en el método de acuerdo con la invención, el organoalcoxisilano de la fórmula general V utilizado es preferiblemente al menos un silano de la serie metiltrimetoxisilano, n-propiltrimetoxisilano, isobutiltrimetoxisilano, isobutiltrietoxisilano, octiltrimetoxisilano, hexadeciltrimetoxisilano, perfluoropropiltrimetoxisilano, tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octiltrimetoxisilano, viniltrimetoxisilano, vinilmetildimetoxisilano, viniltris(2-metoxietoxi)silano, feniltrimetoxisilano, 3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropilmetildimetoxisilano, N-(n-butil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropilmetildimetoxisilano, triaminoetilpropiltrimetoxisilano, 3-mercaptopropiltrimetoxisilano, 3-glicidiloxipropiltrimetoxisilano, 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano, 3-metacriloxi-2-metil-propiltrimetoxisilano, metiltriethoxisilano, n-propiltriethoxisilano, octiltriethoxisilano, hexadeciltriethoxisilano, perfluoropropiltriethoxisilano, tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octiltriethoxisilano, viniltriethoxisilano, vinilmetildietoxisilano, feniltriethoxisilano, 3-aminopropiltriethoxisilano, 3-aminopropilmetildietoxisilano, N-(n-butil)-3-aminopropiltriethoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltriethoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropilmetildietoxisilano, triaminoetilpropiltriethoxisilano, 3-mercaptopropiltriethoxisilano, 3-glicidiloxipropiltriethoxisilano, 3-metacriloxipropiltriethoxisilano, 3-metacriloxi-2-metilpropiltriethoxisilano o mezclas de los mismos.

En el método de acuerdo con la invención, (a) el poliéter-silano de acuerdo con la fórmula IV y (b) el organoalcoxisilano de acuerdo con la fórmula V o una mezcla de organoalcoxisilanos de la fórmula general V se utilizan ventajosamente en una relación en peso de (a) a (b) de 0,5:100 a 100:0, preferiblemente de 5:95 a 95:5, de manera particularmente preferida de 10:90 a 90:10, de manera muy particularmente preferida de 25:75 a 75:25, en particular de 40:60 a 60:40, por ejemplo - pero no exclusivamente - relaciones de 98:2, 85:15, 80:20, 70:30, 50:50, pero también 40:60 y 15:85, por nombrar sólo unas pocas.

En la presente invención, se da particular preferencia a productos, es decir, poliéter-siloxanos de la fórmula I de acuerdo con la invención, que tienen las siguientes combinaciones de funcionalidades:

3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/hidroxi o metoxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/hidroxi o etoxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/hidroxi o metoxi, etoxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/metil/hidroxi o metoxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/metil/hidroxi o etoxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/vinil/hidroxi o metoxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/vinil/hidroxi o etoxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-aminopropil/hidroxi o metoxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-aminopropil/hidroxi o etoxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-aminopropil/hidroxi o metoxi, etoxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/fenil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(2-aminoetil)-3-aminopropil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-[N'(2-aminoetil)-2-aminoetil]-3-aminopropil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(n-butil)-3-aminopropil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-metacriloxipropil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-glicidiloxipropil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/octil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/metil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/vinil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/fenil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(n-butil)-3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(2-aminoetil)-3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-(poli-(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N,N-diaminoetil-3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N,N'-diaminoetil-3-amino-propil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-metacriloxipropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-glicidiloxipropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/fenil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(2-aminoetil)-3-aminopropil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-[N'(2-aminoetil)-2-aminoetil]-3-aminopropil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(n-butil)-3-aminopropil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-metacriloxipropil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-glicidiloxipropil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o

hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/octil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/propil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/metil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/vinil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/fenil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(n-butil)-3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(2-aminoetil)-3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N,N-diaminoetil-3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N,N'-diaminoetil-3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-metacriloxipropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-glicidiloxi-propil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/fenil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(2-aminoetil)-3-aminopropil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(2-aminoetil)-2-aminoetil-3-aminopropil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(n-butil)-3-aminopropil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-metacriloxipropil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-glicidiloxipropil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/octil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/propil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/metil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/vinil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/fenil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(n-butil)-3-amino-propil/ tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N-(2-aminoetil)-3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi,, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N,N-diaminoetil-3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/N,N'-diaminoetil-3-aminopropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi, 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propil/3-metacriloxipropil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi y 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]-propil/3-glicidiloxi-propil/tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octil/metoxi, etoxi o hidroxi, por nombrar sólo unos pocos ejemplos.

El método de acuerdo con la invención se lleva a cabo en general introduciendo inicialmente los materiales de partida, es decir, los poliéter-silanos de acuerdo con la fórmula IV y los organoalcoxisilanos de acuerdo con la fórmula V y, con una mezcla a fondo, añadiendo agua o una mezcla de agua/catalizador en una forma selectiva. También es posible diluir la mezcla de material de partida utilizada, por ejemplo mediante adición de un disolvente ampliamente inerte, por ejemplo alcohol. Sin embargo, también es posible introducir inicialmente agua o una mezcla de agua/alcohol, en que un catalizador está opcionalmente presente, y medir los silanos de partida. En este sentido, el pH de la mezcla de reacción debe estar en el intervalo de 1 a 12. Generalmente, la reacción puede llevarse a cabo a una temperatura en el intervalo de 10 a 100°C, siendo posible, si es necesario, variar la presión. En general, la reacción se lleva a lo largo de un período de 5 minutos a 8 horas. La mezcla de producto obtenida de esta manera se puede dejar para que reaccione posteriormente, si es necesario a reflujo con una mezcla a fondo.

Además, el alcohol añadido como diluyente y también el alcohol producido mediante hidrólisis o condensación puede ser esencialmente al menos separado en parte de la mezcla de producto mediante destilación. La destilación puede llevarse a cabo con el fraccionamiento o, si es necesario, bajo presión reducida.

Además de ello, la cantidad de alcohol que se separa del sistema puede ser reemplazada al mismo tiempo por una cantidad correspondiente de agua.

El poliéter-siloxano obtenido de esta manera es generalmente una mezcla de siloxanos lineales, cíclicos y opcionalmente ramificados.

El poliéter-siloxano de acuerdo con la invención o la mezcla de productos obtenida de acuerdo con la invención puede entonces ser diluido con agua y/o alcohol de una manera selectiva.

Sin embargo, también es posible mezclar al menos un silano organofuncional específico, preferiblemente al menos un organoalcoxisilano de la serie de alquilalcoxisilanos, arilalcoxisilanos, ésteres silícicos, fluoroalquilalcoxisilanos, aminoalquilalcoxisilanos, glicidiloxialquilalcoxisilanos, metacriloxialquilalcoxisilanos, mercaptoalquilalcoxisilanos o vinilalcoxisilanos con un poliéter-siloxano de acuerdo con la invención, y diluir esta mezcla según se requiera, si es apropiado con agua y/o alcohol.

Sin embargo, también es posible diluir adicionalmente con agua la mezcla de productos producida mediante la reacción llevada a cabo de acuerdo con la invención y, a continuación - como ya se ha descrito anteriormente - separar el alcohol del sistema acuoso. De esta manera, es posible obtener directamente una composición lista para

el uso que contiene agua y poliéter-siloxano.

La presente invención proporciona, por lo tanto, poliéter-siloxanos de acuerdo con la invención o correspondientes mezclas de siloxano o composiciones acuosas y/o alcohólicas de acuerdo con la invención y composiciones de acuerdo con la invención que, además de poliéter-siloxanos, comprenden adicionalmente organosilanos monoméricos que se pueden obtener mediante el presente método .

Utilizando productos de acuerdo con la invención, es decir, poliéter-siloxanos de acuerdo con la fórmula I y composiciones de acuerdo con la invención que comprenden dichos polisiloxanos, es posible, de manera selectiva y, por lo tanto, ventajosa, modificar, y así establecer de manera selectiva, las propiedades de la superficie de sustratos desde muy hidrófobas a extremadamente hidrófilas. La humectabilidad de los sustratos a diversos medios líquidos se puede , por lo tanto, controlar de forma particularmente ventajosa.

Sustratos adecuados son, por ejemplo, pero no exclusivamente, vidrio, cuarzo o dióxido de silicio, materiales cerámicos, materiales cerámicos modificados orgánicamente, materiales cerámicos especiales tales como SiC, SiOC, Si₃N₄, SiBN, SiBNC, BN, SiAlO, SiZrO, SiTiO, pero también cargas y pigmentos tales como sulfato de calcio, carbonato de calcio, óxidos de hierro, óxidos de titanio, óxidos de aluminio, óxidos de silicio, óxidos de magnesio, óxidos de zirconio, óxidos de estaño, óxidos de germanio, óxidos de zinc, talco, caolín, corindón, barita, wollastonita, óxido de indio-estaño, metales tales como hierro, aleaciones de hierro, en particular acero, aluminio, aleaciones de aluminio, titanio, aleaciones de titanio, magnesio, aleaciones de magnesio, cobre, aleaciones de cobre, plata, aleaciones de plata, oro, aleaciones de oro, platino, aleaciones de platino, plásticos polares tales como, por ejemplo, poliésteres o poliimida, policarbonato, poliacrilatos y polimetacrilatos - por nombrar sólo algunos ejemplos.

Los sustratos tratados preferentemente también incluyen capas producidas mediante procesos de CVD y SPIN que, entre otros, pueden contener Si, O, C y N como tales o en forma de compuestos correspondientes, en particular las capas que se utilizan como dieléctrico en componentes electrónicos, es decir, sobre superficies de silicio tales como las de obleas. Por lo tanto, el tratamiento puede aquí llevarse a cabo, por ejemplo, mediante pulido químico-mecánico de las superficies de obleas durante la fabricación de semiconductores.

Los poliéter-siloxanos de acuerdo con la invención o las composiciones correspondientes de acuerdo con la invención se pueden aplicar a una superficie de sustrato por ejemplo - pero no exclusivamente - por inmersión, revestimiento de flujo, aspersión, pulverización, centrifugación, pulido, rascado, cepillado, pintura o colado. El secado puede entonces tener lugar adecuadamente a una temperatura entre 10 y 220°C, preferiblemente entre 20 y 150°C. Esto generalmente proporciona capas con un espesor de 20 a 0,01 µm. La buena humectabilidad es habitualmente evidente tan pronto como durante la aplicación de los siloxanos poliéter-funcionales de acuerdo con la invención y de las composiciones, como resultado de lo cual se puede conseguir una estratificación extremadamente homogénea de una manera particularmente ventajosa. Después de secar la capa, la superficie del objeto revestido o sustrato generalmente se puede revestir muy fácilmente con medios polares a no polares dependiendo de cómo se elija la composición de los condensados y/o co-condensados, es decir, la combinación de las funcionalidades en los siloxanos. Además de ello, tales capas se caracterizan ventajosamente por excelentes propiedades fermentadoras de la adherencia.

La presente invención proporciona, además, el uso de poliéter-siloxanos de acuerdo con la invención y dichas composiciones de acuerdo con la invención para el tratamiento de superficies de sustratos, es decir, en particular para una modificación selectiva de las propiedades de una superficie, preferiblemente de metales tales como silicio, aluminio, hierro, titanio, magnesio, zinc, estaño, cobre, plata, oro, platino, níquel, cromo, vanadio, wolframio, de aleaciones tales como aleaciones de hierro, acero, aleaciones de aluminio, aleaciones de magnesio, aleaciones de titanio, aleaciones de cobre, aleaciones de plata, aleaciones de oro, aleaciones de platino, de materiales cerámicos convencionales o de materiales cerámicos especiales tales como SiC, SiOC, Si₃N₄, SiBN, SiBNC, BN, SiAlO, SiZrO, SiTiO de piedra artificial, de vidrio, de fibras de vidrio y minerales, de materiales de construcción, de estructuras de construcción, como composición de revestimiento, como aditivo en composiciones de revestimiento, como agente humectante para superficies, como aditivo en agentes humectantes, como lubricante, como aditivo en lubricantes, y en fluidos hidráulicos, como aditivo en fluidos de perforación, entre otros para la estabilización del pozo, como tensoactivo no iónico, p. ej., en anticongelantes y/o refrigerantes, como agente de impregnación, como aditivo en agentes de impregnación, como inhibidor de la corrosión, como aditivo en inhibidores de la corrosión, como agente antineblina, como aditivo en agentes antineblina, como aditivo para pinturas y barnices, como aditivo en productos cosméticos, tales como emulsiones de aceite-en-agua o de agua-en-aceite, en la producción de productos cosméticos, en la producción de compuestos y materiales compuestos, p. ej., compuestos de moldeo de epoxi, en la fabricación de obleas, semiconductores y chips, para el revestimiento de lentes ópticas y de lentes de contacto, para el revestimiento de láminas de cobre electrolítico para placas de circuitos impresos, para la silanización de cargas y pigmentos tales como sulfato de calcio, carbonato de calcio, óxidos de hierro, óxidos de titanio, óxidos de aluminio, óxidos de silicio, óxidos de magnesio, óxidos de zirconio, óxidos de estaño, óxidos de germanio, óxidos de zinc, talco, caolín, corindón, barita, wollastonita, óxido de indio-estaño, y para la mejora de las propiedades reológicas de dispersiones.

La presente invención proporciona, por lo tanto, agentes o artículos basados en el uso de acuerdo con la invención o el uso de un poliéter-siloxano de acuerdo con la invención o una composición correspondiente de acuerdo con la invención.

5

La invención se ilustra con más detalle mediante los ejemplos siguientes, sin limitar la materia objeto.

Ejemplos

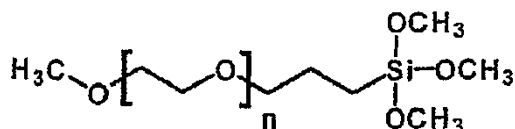
10 Aparato de reacción para llevar a cabo los ejemplos:

Aparato agitado de 2 l con condensador de reflujo, embudo de goteo, agitador mecánico y termómetro. Para la destilación, el condensador de reflujo se intercambi6 por un puente de destilaci6n con adaptador de vaci6. La turbidez que a veces surgi6 en los productos despu6s de la hidr6lisis puede ser eliminada mediante filtraci6n, por ejemplo a trav6s de un filtro de presi6n.

15

Silanos utilizados:

VPS 4140:



20

El poli6ter-silano VPS 4140 tiene una distribuci6n de peso molecular. En el espectro de masas, se detectan las especies a partir de $n = 6$ a 30.

25	DYNASYLAN® F 8261:	tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octiltrietoxisilano
	DYNASYLAN® AMEO:	3-aminopropiltrietoxisilano
	DYNASYLAN® MTES:	metiltrietoxisilano
	DYNASYLAN® TRIAMO:	3-[2-(2-aminoetilamino)etilamino]- propiltrimetoxisilano
30	DYNASYLAN® 1151:	siloxanos aminofuncionales en agua
	DYNASYLAN® HS 2775:	siloxanos triaminofuncionales en agua

Ejemplo 1

Preparaci6n de un poli6ter-siloxano a partir de poli6ter-silano VPS 4140

35

800 g de agua desmineralizada y 0,8 g de 6cido f6rmico se introdujeron inicialmente en el aparato anteriormente descrito, y se dosificaron 200 g de VPS 4140 en el transcurso de 15 minutos. Despu6s, la mezcla se agit6 durante 1 hora a 70 hasta 75°C. A una temperatura del fondo de aproximadamente 60°C, se separ6 por destilaci6n una mezcla de metanol/agua a una presi6n de aproximadamente 100 mbar hasta que la temperatura de la parte superior fue de aproximadamente 50°C y el destilado contenia s6lo agua. Durante la destilaci6n, el agua se introdujo en una cantidad correspondiente a la del producto al separar el destilado. Cuando se complet6 la destilaci6n, el hidrolizado que quedaba en el matraz de destilaci6n se constituy6 hasta 1000 g con agua desmineralizada.

40

Ejemplo 2

Preparaci6n de un co-condensado de poli6ter-silano VPS 4140 y DYNASYLAN® F 8261

45

114,6 g de DYNASYLAN® F 8261 y 285,4 g de VPS 4140 se introdujeron inicialmente en 130 g de etanol en el aparato anteriormente descrito y, a 50 hasta 75°C, se dosificaron con agitaci6n vigorosa agua desmineralizada y 5,8 g de 6cido f6rmico en el transcurso de 7 horas. A una temperatura del fondo de aproximadamente 45°C, se separ6 por destilaci6n una mezcla de metanol/etanol/agua a una presi6n de 250 a 80 mbar hasta que la temperatura de la parte superior era aproximadamente 40°C y el destilado contenia s6lo agua. Durante la destilaci6n, el agua se introdujo en una cantidad correspondiente a la del producto al separar el destilado. Cuando la destilaci6n se habia completado, el hidrolizado que quedaba en el matraz de destilaci6n se constituy6 hasta 1000 g con agua desmineralizada.

50

55

Ejemplo 3

Preparaci6n de un co-condensado de poli6ter-silano VPS 4140 y DYNASYLAN® AMEO

60

600 g de agua desmineralizada se introdujeron inicialmente en el aparato anteriormente descrito, y se dosific6 una mezcla de 296,6 g de VPS 4140 y 103,4 g de DYNASYLAN® AMEO en el transcurso de 15 minutos. Despu6s, la mezcla se agit6 durante 2 horas a aproximadamente 60°C. A una temperatura del fondo de aproximadamente 60°C,

60

se separó por destilación una mezcla de metanol/etanol/agua a una presión de 150 a 100 mbar hasta que la temperatura de la parte superior fue de aproximadamente 50°C y el destilado contenía sólo agua. Durante la destilación, el agua se introdujo en una cantidad correspondiente a la del producto al separar el destilado. Cuando se completó la destilación, el hidrolizado que quedaba en el matraz de destilación se constituyó hasta 1000 g con agua desmineralizada.

Ejemplo 4

Preparación de un co-condensado de poliéter-silano VPS 4140 y DYNASYLAN® MTES

600 g de agua desmineralizada y 2,0 g de ácido fórmico se introdujeron inicialmente en el aparato anteriormente descrito, y se dosificó una mezcla de 312,4 g de VPS 4140 y 87,6 g de DYNASYLAN® MTES en el transcurso de 15 minutos. Después, la mezcla se agitó durante 1,5 horas a 60 hasta 70°C. A una temperatura del fondo de aproximadamente 60°C, se separó por destilación una mezcla de metanol/etanol/agua a una presión de aproximadamente 100 mbar hasta que la temperatura de la parte superior fue de aproximadamente 50°C y el destilado contenía sólo agua. Durante la destilación, el agua se introdujo en una cantidad correspondiente a la del producto al separar el destilado. Cuando se completó la destilación, el hidrolizado que quedaba en el matraz de destilación se constituyó hasta 1000 g con agua desmineralizada.

Ejemplo 5

Preparación de un co-condensado de poliéter-silano VPS 4140 y DYNASYLAN® VTMO

600 g de agua desmineralizada y 2,7 g de ácido fórmico se introdujeron inicialmente en el aparato anteriormente descrito, y se dosificó una mezcla de 324 g de VPS 4140 y 76 g de DYNASYLAN® VTMO en el transcurso de 15 minutos. Después, la mezcla se agitó durante 2 horas a aproximadamente 60°C. A una temperatura del fondo de aproximadamente 55°C, se separó por destilación una mezcla de metanol/agua a una presión de aproximadamente 140 a 90 mbar hasta que la temperatura de la parte superior fue de aproximadamente 50°C y el destilado contenía sólo agua. Durante la destilación, el agua se introdujo en una cantidad correspondiente a la del producto al separar el destilado. Cuando se completó la destilación, el hidrolizado que quedaba en el matraz de destilación se constituyó hasta 1000 g con agua desmineralizada.

Ejemplo 6

Preparación de un co-condensado de poliéter-silano VPS 4140 y DYNASYLAN® TRIAMO

600 g de agua desmineralizada se introdujeron inicialmente en el aparato anteriormente descrito, y se dosificó una mezcla de 282 g de VPS 4140 y 118 g de DYNASYLAN® TRIAMO en el transcurso de 15 minutos. Después, la mezcla se agitó durante 2 horas a aproximadamente 60°C. A una temperatura del fondo de aproximadamente 55°C, se separó por destilación una mezcla de metanol/agua a una presión de aproximadamente 140 a 90 mbar hasta que la temperatura de la parte superior fue de aproximadamente 50°C y el destilado contenía sólo agua. Durante la destilación, el agua se introdujo en una cantidad correspondiente a la del producto al separar el destilado. Cuando se completó la destilación, el hidrolizado que quedaba en el matraz de destilación se constituyó hasta 1000 g con agua desmineralizada.

Tabla 1

Propiedades de los productos de la hidrólisis preparados en los ejemplos 1 a 6:

Producto de la hidrólisis	Metanol libre (% en peso)	Etanol libre (% en peso)	pH	Viscosidad (20°C) (mPa·s) ¹⁾	Índice de color (Gardner) ²⁾
Ejemplo 1	< 0,1	-	3,1	3,1	1
Ejemplo 2	< 0,1	< 0,1	2,5	58,4	3
Ejemplo 3	< 0,1	< 0,1	10,7	9,4	5
Ejemplo 4	< 0,1	< 0,1	2,9	6,6	1
Ejemplo 5	< 0,1	-	2,5	7,8	1
Ejemplo 6	< 0,1	-	10,7	7,5	3

¹⁾ norma DIN 53 015

²⁾ norma ISO 4630

Ejemplos de aplicación y comparativos 7 a 15

Obleas de vidrio fueron desengrasadas con acetona y pulidas con una suspensión de óxido de cerio. Las composiciones con contenido en poliéter-siloxano preparados en los Ejemplos 1 a 6 se pulieron sobre las obleas de vidrio previamente limpiadas. Las obleas fueron tratadas luego térmicamente a 150°C durante 60 minutos. La

humectabilidad y la energía superficial de las superficies de las obleas modificadas se cuantificó por medio de mediciones del ángulo de contacto (estáticos, H₂O) de acuerdo con la norma DIN EN 828. El valor dado en la Tabla 2 en cada uno de los casos representa el valor medio de varias mediciones en una oblea.

- 5 Como revelan los ejemplos de acuerdo con la Tabla 2, utilizando las composiciones con contenido en poliéter-siloxano, opcionalmente modificadas con silano, de acuerdo con la invención, es posible establecer ventajosamente las propiedades de superficie extremadamente variables, particularmente en la zona de baja energía superficial se abren ahora nuevas posibilidades de una muy buena humectabilidad.

10 Tabla 2

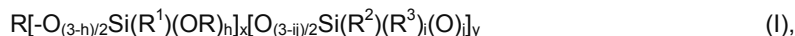
Resultados de investigaciones de aplicación sobre una oblea de vidrio no tratada y tratada en la superficie

Ejemplo/Ejemplo Comp.	Agente de tratamiento	Organofuncionalidades del siloxano e ingrediente activo	Ángulo de contacto Θ [°]
7 (valor en blanco)	-	-	33 ± 2
8	del ejemplo 1	poliéter	6 ± 1
9	del ejemplo 3	poliéter/aminoalquilo	20 ± 1
10	del ejemplo 6	poliéter/triaminoalquilo	25 ± 1
11 (Ejemplo Comp.)	DYNASYLAN [®] 1151	aminoalquilo	41 ± 4
12	del ejemplo 5	poliéter/alqueno	44 ± 1
13	del ejemplo 4	poliéter/alquilo	61 ± 2
14 (Ejemplo Comp.)	DYNASYLAN [®] 2775	triaminoalquilo	62 ± 1
15	del ejemplo 2	poliéter/fluoroalquilo	91 ± 1

REIVINDICACIONES

1. Un siloxano poliéter-funcional lineal, cíclico o ramificado o una mezcla de siloxanos poliéter-funcionales de la fórmula general I

5



en la que los grupos R son idénticos o diferentes y R es esencialmente H, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, t-butilo, 2-metoxietilo o 2-hidroxietilo o, en el caso de siloxanos cíclicos, puede ser un radical sililo de las unidades de sililo de la fórmula I,

10

los grupos R¹ son idénticos o diferentes y R¹ es un grupo poliéter bloqueado terminalmente de la fórmula II,



15 en donde R⁴ es un grupo alquilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, o un grupo alqueno que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, o un grupo arilo que tiene de 6 a 12 átomos de carbono, los grupos R⁵ son idénticos o diferentes y R⁵ es un grupo alquilo bivalente que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, y

20

R⁶ es un grupo alquilo bivalente que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, y

n es de 1 a 200, y

m es 0 ó 1,

los grupos R² son idénticos o diferentes y R² es un grupo alquilo que tiene de 1 a 18 átomos de carbono, opcionalmente sustituido, lineal, ramificado o cíclico, o

25

un grupo mercaptoalquilo, o

un grupo alqueno que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, o

un grupo alquino que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, o

un grupo arilo que tiene de 6 a 12 átomos de carbono, o

un grupo epoxialquilo, o

30

R³ es un grupo alquilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, y

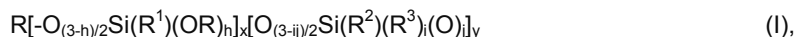
h y j, independientemente uno de otro, son 0 ó 1 e i es 0,

x es un número de 1 a 50, e

y es un número de 0 a 50, en que (x + y) es ≥ 2 cuando y es > 0 y (x + y) es > 2 cuando y = 0.

35

2. Una composición que comprende al menos un alcohol y una mezcla de siloxanos de la fórmula general I



40

en la que los grupos R son idénticos o diferentes y R es esencialmente H, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, t-butilo, 2-metoxietilo o 2-hidroxietilo o, en el caso de siloxanos cíclicos, puede ser un radical sililo de las unidades de sililo de la fórmula I,

los grupos R¹ son idénticos o diferentes y R¹ es un grupo poliéter bloqueado terminalmente de la fórmula II,



45

en donde R⁴ es un grupo alquilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, o un grupo alqueno que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, o un grupo arilo que tiene de 6 a 12 átomos de carbono, los grupos R⁵ son idénticos o diferentes y R⁵ es un grupo alquilo bivalente que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, y

50

R⁶ es un grupo alquilo bivalente que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, y

n es de 1 a 200, y

m es 0 ó 1,

los grupos R² son idénticos o diferentes y R² es un grupo alquilo que tiene de 1 a 18 átomos de carbono, opcionalmente sustituido, lineal, ramificado o cíclico, o

55

un grupo mercaptoalquilo, o

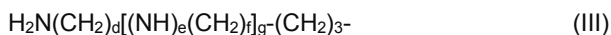
un grupo alqueno que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, o

un grupo alquino que tiene de 2 a 8 átomos de carbono, o

un grupo arilo que tiene de 6 a 12 átomos de carbono, o

un grupo aminoalquilo de la fórmula general III

60



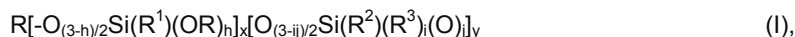
en donde 0 ≤ d ≤ 6, 0 ≤ f ≤ 6, en que e es 0 si d es 0, entonces g es 1, en que e es 1, si d es > 0, entonces g es 1 ó 2, o

65 un grupo N-alquilaminoalquilo, o

un grupo epoxialquilo, o
 un grupo acriloxialquilo, y
 R^3 es un grupo alquilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, y
 h y j, independientemente uno de otro, son 0 ó 1 e i es 0,

5 x es un número de 1 a 50, e
 y es un número de 0 a 50, en que $(x + y) \geq 2$ cuando y es > 0 y $(x + y) > 2$ cuando y = 0,
 en donde
 el contenido en ingrediente activo de siloxanos de acuerdo con la fórmula I es de 0,5 a 99,95% en peso, basado en
 la composición.

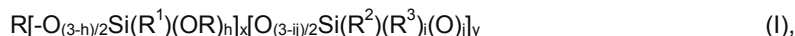
10 3. Una composición que comprende agua y una mezcla de siloxanos de la fórmula general I



15 según la reivindicación 2 para la fórmula I,
 en donde
 el contenido en ingrediente activo de siloxanos de acuerdo con la fórmula I es de 1 a 80% en peso, basado en la
 composición.

20 4. Una composición según la reivindicación 3,
 en donde
 el contenido en alcohol es menor que 5% en peso, basado en la composición.

25 5. Una composición que comprende una mezcla de siloxanos de la fórmula general I



según la reivindicación 2 para la fórmula I,
 y al menos un organoalcoxisilano de la serie de alquilalcoxisilanos, arilalcoxisilanos, ésteres silícicos,
 30 fluoroalcoxisilanos, aminoalquilalcoxisilanos, glicidiloxialquilalcoxisilanos, metacriloxialquilalcoxisilanos,
 mercaptoalquilalcoxisilanos o vinilalcoxisilanos,
 que comprende al menos un organoalcoxisilano en una cantidad de 0,1 a 99,9% en peso, basado en la composición.

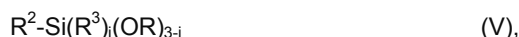
35 6. La composición según la reivindicación 5, que comprende una mezcla de siloxanos de acuerdo con la fórmula I en
 una cantidad de 0,1 a 99,9% en peso, basado en la composición.

7. Un método de producir siloxanos según la reivindicación 1 o una composición según cualquiera de las
 reivindicaciones 2 a 6 mediante hidrólisis selectiva, condensación o co-condensación de al menos un organosilano
 hidrolizable monomérico, en el que
 40 (i) al menos un poliéter-alcoxisilano de la fórmula general IV



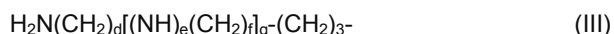
45 en la que los grupos R son idénticos o diferentes y R es metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, t-butilo,
 2-metoxietilo o 2-hidroxietilo,
 R^4 es un grupo alquilo que tiene 1 a 8 átomos de carbono, lineal, ramificado o cíclico, o un grupo alqueno que tiene
 de 2 a 8 átomos de carbono o un grupo arilo que tiene 6 a 12 átomos de carbono,
 los grupos R^5 son idénticos o diferentes, y R^5 es un grupo alquilo bivalente que tiene 1 a 8 átomos de carbono lineal,
 ramificado o cíclico y
 50 R^6 es un grupo alquilo bivalente que tiene 1 a 8 átomos de carbono lineal, ramificado o cíclico y
 n es de 1 a 200, y
 m es 0 ó 1,
 o

55 (ii) al menos un poliéter-alcoxisilano de la fórmula IV precedente y al menos un
 organoalcoxisilano de la fórmula general V



60 en la que los grupos R son idénticos o diferentes y R es metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, t-butilo,
 2-metoxietilo o 2-hidroxietilo,
 los grupos R^2 son idénticos o diferentes y R^2 es un grupo alquilo que tiene 1 a 18 átomos de carbono lineal,
 ramificado o cíclico, opcionalmente sustituido, o
 un grupo mercaptoalquilo o
 un grupo alqueno que tiene de 2 a 8 átomos de carbono o
 65 un grupo alquino que tiene 2 a 8 átomos de carbono o

un grupo arilo que tiene de 6 a 12 átomos de carbono o
un grupo aminoalquilo de la fórmula general III



- 5 en que $0 \leq d \leq 6$, $0 \leq f \leq 6$, en que e es 0, si d es 0, entonces g es 1, en que e es 1, si d es > 0 , entonces g es 1 ó 2,
o
un grupo N-alquilaminoalquilo o
un grupo epoxialquilo o
10 un grupo acriloxialquilo y
 R^3 es un grupo alquilo que tiene 1 a 8 átomos de carbono lineal, ramificado o cíclico e i es 0,
se hace reaccionar con 0,3 a 150 moles de agua por mol de silano, en el que la reacción se lleva a cabo a un pH en
el intervalo de 1 a 12 y en presencia de un catalizador de hidrólisis y/o condensación.
- 15 8. El método según la reivindicación 7, en el que a la mezcla de reacción se añade un disolvente.
9. El método según una de las reivindicaciones 7 u 8, en el que para la reacción se utilizan 0,5 a 100 mol de agua
por cada mol de silano.
- 20 10. El método según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en el que la reacción se lleva a cabo en el intervalo de
10 a 100°C.
11. El método según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, en el que el silano de la fórmula general IV utilizado
es al menos un poliéter-silano monomérico de la serie de 3-[poli(etilenglicol)-monometil-éter]propiltrialcoxisilano, 3-
25 [poli(propilenglicol)-monometil-éter]propiltrialcoxisilano, 3-[poli(etilenglicol)glicol-co-propilenglicol]monometil-
éter]propiltrialcoxisilano o una mezcla de al menos dos de los poliéter-alcoxisilanos.
12. El método según una de las reivindicaciones 7 a 11, en el que el silano de la fórmula general V utilizado es al
menos un silano de la serie metiltrimetoxisilano, n-propiltrimetoxisilano, isobutiltrimetoxisilano, octiltrimetoxisilano,
30 hexadeciltrimetoxisilano, perfluoropropiltrimetoxisilano, tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octiltrimetoxisilano,
viniltrimetoxisilano, vinilmetildimetoxisilano, viniltris(2-metoxietoxi)silano, feniltrimetoxisilano, 3-
aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropilmetildimetoxisilano, N-(n-butil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-
3-aminopropiltrimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropilmetildimetoxisilano, triaminoetilpropiltrimetoxisilano, 3-
35 mercaptopropiltrimetoxisilano, 3-glicidiloxipropiltrimetoxisilano, 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano, 3-metacriloxi-2-
metilpropiltrimetoxisilano, metiltrietoxisilano, n-propiltrietoxisilano, octiltrietoxisilano, hexadeciltrietoxisilano,
perfluoropropiltrietoxisilano, tridecafluoro-1,1,2,2-tetrahidro-octiltrietoxisilano, viniltrietoxisilano, vinilmetildietoxisilano,
feniltrietoxisilano, 3-aminopropiltrietoxisilano, 3-aminopropilmetildietoxisilano, N-(n-butil)-3-aminopropiltrietoxisilano,
N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrietoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropilmetildietoxisilano,
40 triaminoetilpropiltrietoxisilano, 3-mercaptopropiltrietoxisilano, 3-glicidiloxipropiltrietoxisilano, 3-
metacriloxipropiltrietoxisilano, 3-metacriloxi-2-metilpropiltrietoxisilano o mezclas de los mismos.
13. El método según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 12, en el que
(a) el poliéter-silano de acuerdo con la fórmula IV y (b) el organoalcoxisilano de acuerdo con la fórmula V o una
45 mezcla de organoalcoxisilanos de la fórmula general V se utilizan en una relación en peso de (a) a (b) de 0,5:100 a
100:0.
14. El método según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 13, en el que el alcohol libre y el alcohol de la hidrólisis
formado durante la reacción se separan de la mezcla de productos.
- 50 15. El método según al menos una de las reivindicaciones 7 a 14, en el que la mezcla de productos obtenida de esta
manera (A) se diluye mediante la adición ulterior de agua o (B) se diluye añadiendo al menos un alcohol y/o (C) se
añade a la misma al menos un organoalcoxisilano de la serie de alquilalcoxisilanos, arilalcoxisilanos, ésteres
silícicos, fluoroalquilalcoxisilanos, aminoalquilalcoxisilanos, glicidiloxialquilalcoxisilanos,
55 metacriloxialquilalcoxisilanos, mercaptoalquilalcoxisilanos o vinilalcoxisilanos.
16. El siloxano o la mezcla de siloxanos según la reivindicación 1, o la composición según cualquiera de las
reivindicaciones 2 a 6, obtenible mediante cualquiera de las reivindicaciones 7 a 15.
- 60 17. El uso de siloxanos según la reivindicación 1, de una composición según cualquiera de las reivindicaciones 2 a
6, de siloxanos o de una composición preparada según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 15, o de siloxanos o
de una composición obtenidos según la reivindicación 16,
para el tratamiento de una superficie,
como composición de revestimiento,
como aditivo en composiciones de revestimiento,

- como agente humectante para superficies,
como aditivo en agentes humectantes,
como lubricante,
5 como aditivo en lubricantes y en fluidos hidráulicos,
como tensioactivo no iónico,
como aditivo en fluidos de perforación,
como agente de impregnación,
como aditivo en agentes de impregnación,
como inhibidor de la corrosión,
10 como aditivo en inhibidores de la corrosión,
como agente antineblina,
como aditivo en agentes antineblina,
como aditivo para pinturas y barnices,
como aditivo en productos cosméticos,
15 en la producción de productos cosméticos,
en la producción de materiales compuestos,
en la producción de compuestos,
en la producción de obleas, semiconductores y/o chips,
para el revestimiento de lentes ópticas y de lentes de contacto,
20 para el revestimiento de láminas de cobre electrolítico para placas de circuitos impresos,
para la silanización de cargas y pigmentos,
para la mejora de las propiedades reológicas de dispersiones.
18. Un agente o artículo que se basa en el uso y/o la aplicación de un siloxano o una composición correspondiente
según la reivindicación 17.
25