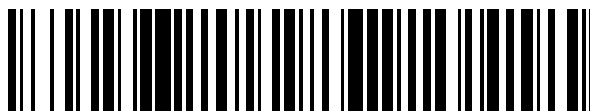


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 644 038**

51 Int. Cl.:

B05D 1/18 (2006.01)

C03C 17/28 (2006.01)

C03C 17/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.07.2005 PCT/JP2005/013376**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.01.2006 WO06009202**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.07.2005 E 05766433 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.09.2017 EP 1797967**

54 Título: **Método para la formación de película fina orgánica**

30 Prioridad:

22.07.2004 JP 2004214174

30.11.2004 JP 2004347439

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.11.2017

73 Titular/es:

**NIPPON SODA CO., LTD. (100.0%)
2-1, OHTEMACHI 2-CHOME
CHIYODA-KU, TOKYO 100-8165, JP**

72 Inventor/es:

**KIMURA, NOBUO;
FUJITA, YOSHITAKA y
HIDAKA, TOMOYA**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 644 038 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

Método para la formación de película fina orgánica

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un método de formación de película fina orgánica para formar una película fina orgánica sobre una superficie de sustrato.

Antecedentes de la técnica

10 La modificación de superficies de sustratos compuestos de vidrio, metal, plástico, material cerámico, y demás, se ha llevado a cabo para cualquier propósito en diferentes campos de la técnica anterior. Por ejemplo, un agente de acoplamiento de silano que contiene flúor se ha aplicado como revestimiento sobre una superficie de vidrio o plástico para impartir repelencia al agua y repelencia al aceite a la misma.

15 Los ejemplos de métodos para formar una película de recubrimiento para modificar una superficie de sustrato se describen en los documentos de patentes 1 a 3, que describen métodos de producción de una película químicamente adsorbida que tiene alta resistencia al despegado y transparencia, y no perjudica al brillo de la superficie de sustrato o la transparencia del sustrato. Sin embargo, los métodos de producción de una película químicamente adsorbida descrita en estas publicaciones tienen el problema de que genera cloro gaseoso dañino durante la producción de la película, puesto que se forma una película revestida mediante una reacción de eliminación de ácido clorhídrico entre un tensioactivo de clorosilano e hidrógeno activo sobre la superficie del sustrato.

20 Hay métodos para formar una película químicamente adsorbida mediante una reacción de eliminación de alcohol de un tensioactivo de alcoxilano. Sin embargo, este método tenía el problema de que la velocidad de reacción de la reacción de eliminación de alcohol es excesivamente lenta, previniendo de esta manera que la formación de película se lleve a cabo convenientemente.

25 Además, aunque se ha propuesto un método para acelerar la reacción de eliminación de alcohol usando un catalizador de eliminación de alcohol, la adición de un catalizador de eliminación de alcohol solo termina produciendo la reticulación del tensioactivo consigo mismo debido a la humedad en el aire, inhibiendo de esta manera la reacción en la interfase sólido-líquido en la superficie del sustrato, y haciendo difícil formar de manera eficaz una película químicamente adsorbida unimolecular.

30 Con el fin de resolver estos problemas, los documentos de patente 4 proponen un método para formar una película químicamente adsorbida covalentemente unida mediante enlaces siloxano, mediante contacto de una solución mixta que contiene al menos un tensioactivo alcoxisilano, y un disolvente no acuoso exento de hidrógeno activo y un catalizador de condensación de silanol, con una superficie de sustrato. Los ejemplos del catalizador de condensación de silanol descritos en los mismos incluyen al menos una sustancia seleccionada del grupo que consiste en una sal de metal de ácido carboxílico, sal de metal de éster de ácido carboxílico, polímero de sal de metal de ácido carboxílico, quelato de sal de metal de ácido carboxílico, éster de ácido titánico y quelato de éster de ácido titánico.

35 Además, se conoce un método en el que una disolución en disolvente orgánico de un tensioactivo de silano se extiende sobre la superficie de una pastilla de silicio sobre la que se ha goteado agua purificada para formar una monocapa cristalina, del documento de no patente 1, como un ejemplo de un método para la formación de una película químicamente adsorbida que tiene cristalinidad sobre la superficie de un sustrato.

40 Además, se conocen métodos para inmovilizar una película repelente al agua compuesta de una capa unimolecular sobre una superficie de sustrato mediante grupos silanol usando un monómero o polímero de un producto de hidrólisis de un compuesto de silano que contiene grupo fluoroalquilo, hidrolizado en presencia de un catalizador ácido, en el documento de patente 5.

45 Además, el documento WO 03/076064 (solicitud relacionada en idioma inglés: EP 1484105) describe un método para preparar una película de adsorción química sobre una superficie de un sustrato que contiene hidrógeno activo, que comprende las etapas de: tratar un tensioactivo basado en metal que tiene al menos un grupo hidrolizable con un óxido de metal o un producto parcialmente hidrolizado de un alcóxido metálico y agua en un disolvente orgánico para formar una disolución, y poner en contacto la disolución con la superficie del sustrato.

50 Sin embargo, estos métodos tenían problemas que consistían en que la formación de película requería un periodo de tiempo largo, y que el catalizador de condensación de silanol inhibía la adsorción si la formación de película se llevaba a cabo con el catalizador todavía presente en la disolución, previniendo de esta forma la formación de una monocapa fina. Además, estos métodos tenían limitaciones en el tipo de sustrato que se podía usar, y no se podían usar para formar una película químicamente adsorbida cristalina sobre un sustrato no cristalino.

Por lo tanto, se desea el desarrollo de una tecnología para la formación rápidamente de una monocapa fina que

tenga pocas impurezas, en campos tales como el formado de patrones finos para el diseño de dispositivos eléctricos en particular.

Documento de patente 1: Solicitud de patente japonesa no examinada, primera publicación nº H4-132637

Documento de patente 2: Solicitud de patente japonesa no examinada, primera publicación nº H4-221630

5 Documento de patente 3: Solicitud de patente japonesa no examinada, primera publicación nº H4-367721

Documento de patente 4: Solicitud de patente japonesa no examinada, primera publicación nº H8-337654

Documento de patente 5: Solicitud de patente japonesa no examinada, primera publicación nº H11-228942

Documento de patente 6: Solicitud de patente japonesa no examinada, primera publicación nº H11-322368

Documento no patente 1: *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, 74, 1397-1401 (2001)

10 **Descripción de la invención**

Considerando estas circunstancias, un objeto de la presente invención es proporcionar un método de formación de película fina orgánica capaz de formar rápidamente una monocapa fina que tiene pocas impurezas, y una disolución para formar una película fina orgánica usada en este método de formación.

15 Como resultado de llevar a cabo extensos estudios para resolver los problemas antes mencionados, los autores de la presente invención encontraron que se puede formar rápidamente sobre un sustrato una monocapa fina (película fina orgánica) que tiene pocas impurezas, aplicando un método de formación de película fina orgánica para formar una película fina orgánica sobre una superficie de sustrato, que comprende:

obtener un agente auxiliar mezclando un tensioactivo metálico (1) que tiene al menos un grupo hidrolítico con un compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1),

20 obtener una disolución para la formación de la película fina orgánica mediante el agente auxiliar y un tensioactivo metálico (2) que tiene al menos un grupo hidrolítico, en un disolvente orgánico, y

poner en contacto el sustrato con la disolución para la formación de la película fina orgánica; en donde,

se usa una disolución para la formación de la película fina orgánica en la que el contenido de humedad se ha ajustado o mantenido de 50 a 1000 ppm,

25 el tensioactivo metálico (1) es un compuesto representado por la fórmula (I):



30 (en donde, R¹ representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido que tiene de 10 a 30 átomos de carbono, un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido que tiene de 10 a 30 átomos de carbono, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector,

M representa un átomo de silicio,

X representa un grupo hidroxilo o un grupo hidrolítico,

m representa la valencia de M,

n representa 1, y

35 X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-n) es 2 o más),

el compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1) es al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en un óxido metálico, un alcóxido metálico, un producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico, un catalizador de condensación de silanol y un catalizador ácido,

40 el metal del alcóxido metálico o el producto de hidrólisis parcial del alcóxido metálico es al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en titanio, zirconio, aluminio, silicio, germanio, indio, estaño, tántalo, zinc, tungsteno y plomo, y

el tensioactivo metálico (2) es un compuesto representado por la fórmula (III):



(en donde, R¹¹ representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado halogenado

opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector,

M¹ representa un átomo de silicio,

X¹ representa un grupo hidroxilo o un grupo hidrolítico,

5 m¹ representa la valencia de M,

n¹ representa 1, y

X¹ pueden ser iguales o diferentes cuando (m¹-n¹) es 2 o más).

10 En una realización, el agente auxiliar para la formación de la película fina orgánica se obtiene mezclando el tensioactivo metálico (1), el compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1) y agua en el disolvente orgánico.

En una realización adicional, el agente auxiliar para la formación de la película fina orgánica contiene de 0,5 a 8,0 moles del tensioactivo metálico (1) por 1 mol del compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1).

En una realización adicional, el agente auxiliar para la formación de la película fina orgánica contiene de 1,5 a 3,0 moles del tensioactivo metálico (1) por 1 mol del compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1).

15 En una realización adicional, el grupo hidrolítico es un grupo alcoxi o un grupo aciloxi que tiene de 1 a 4 átomos de carbono.

En una realización adicional, el agente auxiliar para la formación de la película fina orgánica se usa de modo que el contenido de sólido en el agente auxiliar para la formación de la película fina orgánica en términos de número de moles como óxido es de 0,001 a 1 mol por 1 mol del tensioactivo metálico (2).

20 En una realización adicional, el sustrato se sumerge en la disolución para la formación de la película fina orgánica.

En una realización adicional, el disolvente orgánico es un disolvente hidrocarbonado o un disolvente fluorocarbonado.

25 En una realización adicional, la disolución para la formación de la película fina orgánica contiene de 20 a 2000 ppm de un compuesto que contiene grupo hidroxilo que es un producto de hidrólisis parcial del tensioactivo metálico (1) y el tensioactivo metálico (2).

En una realización adicional, el sustrato no es cristalino; y la película fina orgánica es una película fina orgánica cristalina.

También se describe un agente auxiliar para formar una película fina orgánica.

30 Un agente auxiliar para formar una película fina orgánica se puede obtener mezclando en un disolvente orgánico un tensioactivo metálico (1) que tiene al menos un grupo hidrolítico, y un compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1).

El tensioactivo metálico (1) se puede usar en una cantidad de 0,5 a 2,0 moles por 1 mol del compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1).

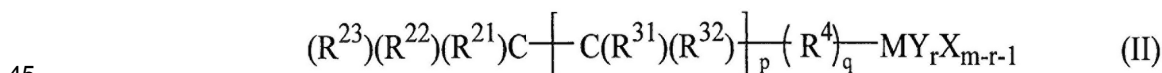
35 El tensioactivo metálico (1) en una cantidad de 0,8 a 1,5 moles por 1 mol del compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1).

El compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1) puede ser al menos un tipo de alcóxido metálico o un producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico.

40 El metal del alcóxido metálico o el producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico puede ser al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en titanio, zirconio, aluminio, silicio, germanio, indio, estaño, tántalo, zinc, tungsteno y plomo.

El tensioactivo metálico (1) como se usa de acuerdo con la invención es un compuesto representado por la fórmula (I) como se ha definido antes.

Un tensioactivo metálico en general puede ser un compuesto representado por la fórmula (II) (en donde los tensioactivos metálicos (1) de la invención están definidos además por la fórmula (I) anterior):



(en donde, M, X y m son iguales que los definidos previamente, R²¹-R²³, R³¹ y R³² respectivamente e independientemente representan un átomo de hidrógeno, un átomo de flúor, R⁴ representa un grupo alquileo, grupo vinileno, grupo etnileno, grupo arileno o grupo conector divalente que contiene un átomo de silicio y/o átomo de oxígeno, Y representa un átomo de hidrógeno, grupo alquilo, grupo alcoxi, grupo alquilo que contiene flúor o grupo alcoxi que contiene flúor, p representa 0 o un número natural, q representa 0 o 1, los grupos representados por la fórmula C(R³¹)(R³²) pueden ser iguales o diferentes cuando p es 2 o más, r representa 0 o un número entero positivo de 1 a (m-2), Y pueden ser iguales o diferentes cuando r es 2 o más, y X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-r-1) es 2 o más, con la condición de que al menos uno de Y X es un grupo hidroxilo o grupo hidrolítico).

El grupo hidrolítico puede ser un grupo alcoxi o un grupo aciloxi que tiene de 1 a 4 átomos de carbono.

El disolvente orgánico puede ser un disolvente hidrocarbonado o un disolvente fluorocarbonado.

Una película fina orgánica se puede formar en forma de una película químicamente adsorbida.

Una película fina orgánica se puede formar en forma de una monocapa de autoensamblaje.

Una película fina orgánica se puede formar en forma de una monocapa.

Se describe además una disolución para formar una película fina orgánica que se obtiene mezclando el agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica descrito antes y un tensioactivo metálico (2) que tiene al menos un grupo hidrolítico; en donde la disolución se prepara ajustando o manteniendo el contenido de humedad de la disolución para que esté dentro de un intervalo predeterminado.

Se describe además un método de formación de película fina orgánica como se describe en cualquiera de los párrafos (1) a (28) a continuación.

(1) Un método de formación de película fina orgánica que comprende: formar una película fina orgánica en la superficie de un sustrato poniendo en contacto el sustrato con una disolución de disolvente orgánico obtenida mezclando un tensioactivo metálico que tiene al menos un grupo hidrolítico y un catalizador capaz de interactuar con el tensioactivo; en donde la disolución de disolvente orgánico contiene una cantidad predeterminada de humedad, y contiene de 20 a 2000 ppm de un compuesto que contiene grupo hidróxido que es el producto de hidrólisis del tensioactivo metálico.

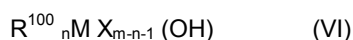
(2) El método de formación de película fina orgánica descrito en (36) antes, en donde el tensioactivo metálico que tiene al menos un grupo hidrolítico es un compuesto representado por la fórmula (V):



(en donde, R¹⁰⁰ representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector, M representa al menos un tipo de átomo de metal seleccionado del grupo que consiste en un átomo de silicio, átomo de germanio, átomo de estaño, átomo de titanio y átomo de circonio, X representa un grupo hidrolítico, n representa un número entero de 1 a (m-1), m representa la valencia de M, R¹⁰⁰ pueden ser iguales o diferentes cuando n es 2 o más, y X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-n) es 2 o más).

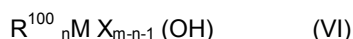
(3) El método de formación de película fina orgánica descrito en el párrafo (1) anterior, en donde el grupo hidrolítico representado por X es un grupo alcoxi o grupo aciloxi C₁-C₆.

(4) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (3) anteriores, en donde el compuesto que contiene grupo hidróxido es un compuesto representado por la fórmula (VI):



(en donde, R¹⁰⁰ representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector, M representa al menos un tipo de átomo de metal seleccionado del grupo que consiste en un átomo de silicio, átomo de germanio, átomo de estaño, átomo de titanio y átomo de circonio, X representa un grupo hidrolítico, n representa un número entero de 1 a (m-1), m representa la valencia de M, R¹⁰⁰ pueden ser iguales o diferentes cuando n es 2 o más, y X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-n-1) es 2 o más).

(5) Se describe además un método de formación de película fina orgánica que comprende: formar una película fina orgánica en la superficie de un sustrato poniendo en contacto el sustrato con una disolución de disolvente orgánico que contiene de 20 a 2000 ppm de un compuesto que contiene grupo hidróxido representado por la fórmula (VI):



(en donde, R¹⁰⁰ representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector, M representa al menos un tipo de átomo de metal seleccionado del grupo que consiste en un átomo de silicio, átomo de germanio, átomo de estaño, átomo de titanio y átomo de circonio, X representa un grupo hidrolítico, n representa un número entero de 1 a (m-1), m representa la valencia de M, R¹⁰⁰ pueden ser iguales o diferentes cuando n es 2 o más, y X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-n-1) es 2 o más).

(6) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (2) a (5) anteriores, en donde M es un átomo de silicio.

(7) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (6) anteriores, en donde el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico está en el intervalo de 50 a 1000 ppm.

(8) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (7) anteriores, en donde el catalizador capaz de interactuar con el tensioactivo metálico es al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en un óxido metálico, alcóxido metálico, producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico, catalizador de condensación de silanol y catalizador ácido.

(9) El método de formación de película fina orgánica descrito en el párrafo (8) anterior, en donde el producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico tiene la propiedad de dispersarse establemente sin agregación en ausencia de un ácido, base y/o estabilizante de dispersión, en un disolvente orgánico.

(10) El método de formación de película fina orgánica descrito en el párrafo (8) o (9) anteriores, en donde el producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico se obtiene hidrolizando en un intervalo de -100°C a la temperatura de reflujo del disolvente orgánico, usando menos de 0,5 a 2,0 moles de agua basado en la cantidad de alcóxido metálico en un disolvente orgánico.

(11) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (8) a (10) anteriores, en donde el metal en el óxido metálico, alcóxido metálico o producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico es al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en titanio, circonio, aluminio, silicio, germanio, indio, estaño, tántalo, zinc, tungsteno y plomo.

(12) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (11) anteriores, que tiene una etapa (A) para la inmersión del sustrato en la disolución de disolvente orgánico.

(13) El método de formación de película fina orgánica descrito en el párrafo (12) anterior, que tiene una etapa (B) para lavar el sustrato después de la etapa (A).

(14) El método de formación de película fina orgánica descrito en el párrafo (12) anterior, que tiene una etapa (C) para calentar el sustrato después de la etapa (A).

(15) El método de formación de película fina orgánica descrito en el párrafo (14) anterior, que tiene además una etapa (B) para lavar el sustrato después de la etapa (A) y antes de la etapa (C).

(16) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (15) anteriores, en donde dos o más sustratos se ponen en contacto repetidamente usando la misma disolución mientras se mantiene el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico dentro de un intervalo predeterminado.

(17) El método de formación de película fina orgánica descrito en el párrafo (16) anterior, en donde el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico se mantiene dentro del intervalo de 50 a 1000 ppm.

(18) El método de formación de película fina orgánica descrito en el párrafo (16) o (17) anterior, en donde el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico se hace que sea o se mantiene dentro de un intervalo predeterminado, proporcionando una capa acuosa que está en contacto con una capa de la disolución de disolvente orgánico.

(19) El método de formación de película fina orgánica descrito en el párrafo (16) o (17) anteriores, en donde el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico se hace que sea o se mantiene dentro de un intervalo predeterminado, poniendo adicionalmente una sustancia que retiene la humedad en la disolución de disolvente orgánico en el estado en que contiene agua.

(20) El método de formación de película fina orgánica descrito en el párrafo (19) anterior, en donde la sustancia que retiene humedad es un filtro de fibra de vidrio o un filtro de celulosa.

(21) El método de formación de película fina orgánica descrito en el párrafo (16) o (17) anteriores, en donde el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico se hace que sea o se mantiene dentro de un intervalo predeterminado, mediante soplado de un gas que contiene humedad en la disolución de disolvente orgánico.

(22) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (21) anteriores, en donde la disolución de disolvente orgánico es una disolución de disolvente hidrocarbonado.

(23) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (22) anteriores, en donde se forma una película fina orgánica cristalina.

5 (24) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (23) anteriores, en donde se forma una película fina orgánica en forma de una monocapa.

(25) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (24) anteriores, en donde se forma una película fina orgánica en forma de una película químicamente adsorbida.

10 (26) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (25) anteriores, en donde se forma una película fina orgánica en forma de una monocapa de autoensamblaje.

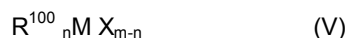
(27) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (26), en donde se usa un sustrato que contiene hidrógeno activo en su superficie para el sustrato.

15 (28) El método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (27) anteriores, en donde se usa un sustrato compuesto de al menos un material seleccionado del grupo que consiste en vidrio, pastilla de silicio, materiales cerámicos, metal y plástico, para el sustrato.

Se describe además una disolución para la formación de una película fina orgánica descrita en cualquiera de los párrafos (29) a (34) siguientes.

20 (29) Una disolución para la formación de una película fina orgánica, obtenida mezclando un tensioactivo metálico que tiene al menos un grupo hidrolítico y un catalizador capaz de interactuar con el tensioactivo metálico; en donde, la disolución contiene una cantidad predeterminada de humedad, y contiene de 20 a 2000 ppm de un compuesto que contiene grupo hidróxido que es un producto de hidrólisis del tensioactivo metálico.

(30) La disolución para la formación de una película fina orgánica descrita en el párrafo (29) anterior, en donde el tensioactivo metálico que tiene al menos un grupo hidrolítico es un compuesto representado por la fórmula (V):

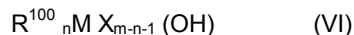


25 (en donde, R^{100} representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector, M representa al menos un tipo de átomo de metal seleccionado del grupo que consiste en un átomo de silicio, átomo de germanio, átomo de estaño, átomo de titanio y átomo de circonio, X representa un grupo hidrolítico, n representa un número entero de 1 a (m-1), m representa la valencia de M, R^{100} pueden ser iguales o diferentes cuando n es 2 o más, y X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-n) es 2 o más).

30

(31) La disolución para la formación de una película fina orgánica descrita en el párrafo (30) anterior, en donde el grupo hidrolítico representado por X es un grupo alcoxi o grupo aciloxi C_{1-6} .

35 (32) La disolución para la formación de película fina orgánica descrita en los párrafos (30) o (31) anteriores, en donde el compuesto que contiene grupo hidróxido es un compuesto representado por la fórmula (VI):



40 (en donde, R^{100} representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector, M representa al menos un tipo de átomo de metal seleccionado del grupo que consiste en un átomo de silicio, átomo de germanio, átomo de estaño, átomo de titanio y átomo de circonio, X representa un grupo hidrolítico, n representa un número entero de 1 a (m-1), m representa la valencia de M, R^{100} pueden ser iguales o diferentes cuando n es 2 o más, y X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-n-1) es 2 o más).

45 (33) La disolución para la formación de una película fina orgánica descrita en cualquiera de los párrafos (30) a (32) anteriores, en donde M es un átomo de silicio.

(34) La disolución para la formación de una película fina orgánica descrita en cualquiera de los párrafos (29) a (33) anteriores, se puede usar en el método de formación de película fina orgánica descrito en cualquiera de los párrafos (1) a (28) anteriores.

Efectos de la invención

50 De acuerdo con el método de formación de película fina orgánica de la presente invención, se puede formar

rápida mente una monocapa fina (película fina orgánica) que tiene pocas impurezas, sobre un sustrato compuesto de diferentes materiales.

De acuerdo con el método de formación de película fina orgánica de la presente invención, se puede formar una película fina orgánica uniforme, delgada, repetidamente dos veces o más usando la misma disolución.

5 El método de formación de película fina orgánica de la presente invención se puede aplicar preferiblemente a la formación de un patrón de diseño de dispositivos eléctricos y similares, de equipamiento que requiere revestimientos de película ultrafinos resistentes al calor, resistentes a la intemperie y resistentes al desgaste tales como los productos eléctricos, automóviles, equipamiento industrial, espejos y lentes de gafas.

10 Se puede formar rápida mente una monocapa fina (película fina orgánica) que tiene pocas impurezas sobre un sustrato formado de diferentes materiales, usando el agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica de la presente invención.

15 Se puede usar preferiblemente la disolución para la formación de una película fina orgánica como se describe en la presente memoria, en el método de formación de película fina orgánica de la presente invención. Cuando se usa la disolución para la formación de una película fina orgánica como se describe en la presente memoria, se puede formar una monocapa fina de autoensamblaje que tiene pocas impurezas o una película adsorbida, que es unimolecular y uniforme y tiene adherencia superior y alta cristalinidad incluso sobre un sustrato no cristalino, independientemente del material del sustrato o de la presencia o ausencia de cristalinidad del sustrato.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una gráfica que muestra la curva de separación de una referencia 1, obtenida por HPLC;

20 La figura 2 es una gráfica que muestra la curva de separación de una disolución SB-1 para la formación de una película fina orgánica, obtenida por HPLC;

La figura 3 es un diagrama de difracción de rayos X de cristal en película fina de las películas finas orgánicas de los ejemplos 26, 28 y 29;

25 La figura 4 es una gráfica que muestra la relación entre el ODS residual (eje vertical) y tiempo transcurrido (eje horizontal) de las disoluciones almacenadas de la disolución SB-1 para la formación de una película fina orgánica y una disolución en tolueno de ODS respectivamente, selladas y almacenadas a temperatura ambiente;

30 La figura 5 es una gráfica que muestra la relación entre la cantidad de silanol formado (eje vertical) y tiempo transcurrido (eje horizontal) de disoluciones almacenadas de la disolución SB-1 para la formación de una película fina orgánica y una disolución en tolueno de ODS respectivamente, selladas y almacenadas a temperatura ambiente; y

35 La figura 6 es una gráfica que muestra la relación entre el ángulo de contacto ($^{\circ}$) (eje vertical) de películas finas orgánicas, obtenidas por formación de una película fina orgánica usando disoluciones almacenadas de SB-1 para la formación de una película fina orgánica y una disolución en tolueno de ODS respectivamente, selladas y almacenadas a temperatura ambiente, respecto al agua y TD, y tiempo transcurrido de las disoluciones almacenadas (eje horizontal).

Mejor modo de llevar a cabo la invención

A continuación, se proporciona una explicación detallada de la presente invención.

Método de formación de película fina orgánica

40 El método de formación de película fina orgánica de la presente invención forma una película fina orgánica sobre la superficie de un sustrato por un procedimiento como se define en las reivindicaciones.

(1) Tensioactivo metálico (1) y tensioactivo metálico (2)

Se usan uno o más tipos de un compuesto representado por la fórmula (I) mencionada antes para el tensioactivo metálico (1), mientras que se usan uno o más tipos de un compuesto representado por la fórmula (III) mencionada antes para el tensioactivo metálico (2).

45 En la fórmula (I), R^1 representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido que tiene de 10 a 30 átomos de carbono, un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido que tiene de 10 a 30 átomos de carbono, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector. Además, en la fórmula (III), R^{11} representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector.

50

Los ejemplos de un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido representado por R^1 incluyen grupos alquilo que tienen de 10 a 30 átomos de carbono tales como un grupo n-decilo o grupo n-octadecilo; grupos alquenoilo que tienen de 10 a 30 átomos de carbono tales como un grupo n-decenilo o grupo n-octadecenilo; y grupos arilo que tienen de 10 a 30 átomos de carbono tales como un grupo 1-naftilo o grupo 2-naftilo.

5 Los ejemplos de un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido representado por R^{11} incluyen grupos alquilo que tienen de 1 a 30 átomos de carbono tales como grupo metilo, grupo etilo, grupo n-propilo, grupo isopropilo, grupo n-butilo, grupo isobutilo, grupo sec-butilo, grupo t-butilo, grupo n-pentilo, grupo isopentilo, grupo neopentilo, grupo t-pentilo, grupo n-hexilo, grupo isohexilo, grupo n-heptilo, grupo n-octilo o grupo n-decilo; grupos alquenoilo que
10 tienen de 2 a 30 átomos de carbono tales como un grupo vinilo, grupo propenilo, grupo butenilo o grupo pentenilo; y, grupos arilo tal como un grupo fenilo o grupo naftilo.

Los ejemplos de un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido representado por R^1 incluyen grupos alquilo halogenados que tienen de 10 a 30 átomos de carbono, grupos alquenoilo halogenados que tienen de 10 a 30 átomos de carbono y grupos arilo halogenados que tienen de 10 a 30 átomos de carbono. Entre ellos, se
15 prefieren los grupos en los que dos o más átomos de hidrógeno en un grupo alquilo que tiene de 10 a 30 átomos de carbono se sustituyen por átomos de halógeno, mientras que son más preferidos los grupos alquilo fluorados en los que dos o más de los átomos de hidrógeno de un grupo alquilo que tiene de 10 a 30 átomos de carbono se sustituyen por átomos de flúor.

Los ejemplos de un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido representado por R^{11} incluyen grupos alquilo halogenados que tienen de 1 a 30 átomos de carbono, grupos alquenoilo halogenados que tienen de 2
20 a 30 átomos de carbono y grupos arilo halogenados. Más específicamente, los ejemplos incluyen grupos en los que uno o más átomos de hidrógeno en el grupo hidrocarbonado se sustituyen por un átomo de halógeno tal como un átomo de flúor, un átomo de cloro o átomo de bromo. Entre ellos, son preferidos los grupos en los que dos o más de los átomos de hidrógeno de un grupo alquilo que tiene de 1 a 30 átomos de carbono se sustituyen por átomos de halógeno, mientras que son más preferidos los grupos alquilo fluorados en los que dos o más de los átomos de hidrógeno de un grupo alquilo que tiene de 1 a 30 átomos de carbono se sustituyen por átomos de flúor. Además, en
25 el caso de que el grupo alquilo fluorado tenga una estructura ramificada, la parte ramificada tiene de 1 a 4 átomos de carbono y preferiblemente es una cadena corta que tiene de 1 a 2 átomos de carbono.

Son preferidos los grupos en los que uno o más átomos de flúor están unidos a un átomo de carbono terminal, son más preferidos los grupos que tienen una parte de grupo CF_3 en los que tres átomos de flúor están unidos a un
30 átomo de carbono terminal, y son particularmente preferidos los grupos que tienen un grupo perfluoroalquilo en el que todos los átomos de hidrógeno del grupo alquilo están sustituidos por átomos de flúor en una parte terminal, y un grupo alquenoilo representado por $-(CH_2)_h-$ (en donde, h representa un número entero de 1 a 29) entre los átomos de metal M que se describirá más adelante, para el grupo alquilo fluorado representado por R^1 y R^{11} .

El número de átomos de flúor en el grupo alquilo fluorado preferiblemente es 60% o más y más preferiblemente 80%
35 o más, cuando está representado por $[(\text{número de átomos de flúor en el grupo alquilo fluorado}) / (\text{número de átomos de hidrógeno presente en un grupo alquilo que tiene el mismo número de átomos de carbono que corresponde al grupo alquilo fluorado}) \times 100]$.

Los ejemplos de un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido o grupo hidrocarbonado halogenado
40 opcionalmente sustituido representados por R^1 y R^{11} incluyen grupos carboxilo, grupos amida, grupos imida, grupos éster, grupos alcoxi tales como un grupo metoxi o grupo etoxi, y grupos hidroxilo. El número de sustituyentes del mismo preferiblemente es de 0 a 3.

Los ejemplos específicos de un grupo hidrocarbonado que tiene un grupo conector representado por R^1 y R^{11} son los mismos que los ejemplos de los grupos hidrocarbonados opcionalmente sustituidos.

45 Además, los ejemplos específicos de un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido que tiene un grupo conector representado por R^1 y R^{11} son los mismos que los ejemplos de los grupos hidrocarbonados halogenados opcionalmente sustituidos.

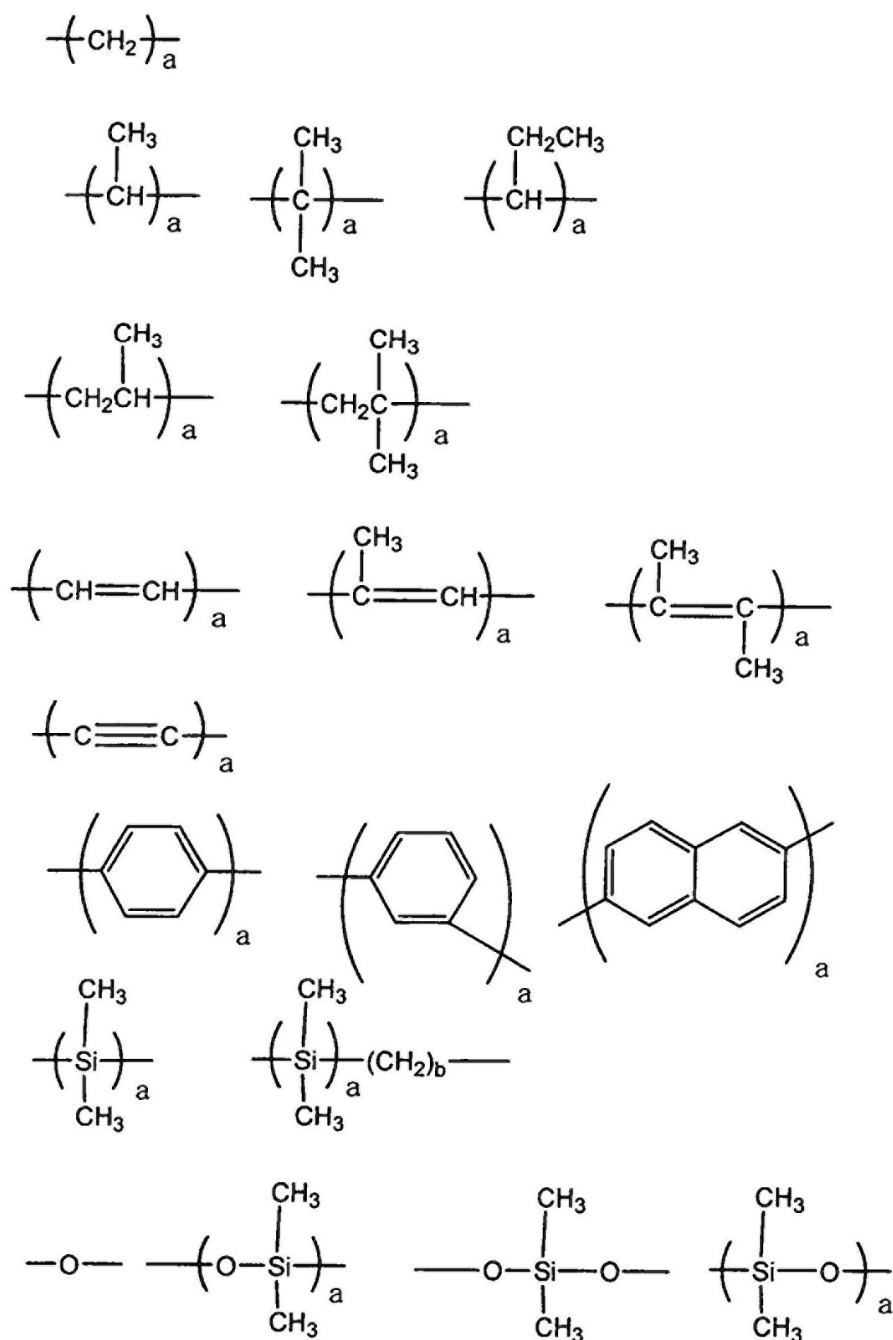
Preferiblemente el grupo conector está presente entre un enlace carbono-carbono del grupo hidrocarbonado o grupo hidrocarbonado halogenado, o entre un carbono de un grupo hidrocarbonado y un átomo de metal M que se describirá más adelante.

50 Los ejemplos específicos de grupos conectores incluyen $-O-$, $-S-$, $-SO_2-$, $-CO-$, $-C(=O)O-$, y $-C(=O)NR^{51}$ (en donde, R^{51} representa un átomo de hidrógeno o grupo alquilo tal como un grupo metilo, grupo etilo, grupo n-propilo o grupo isopropilo).

Entre estos, desde el punto de vista de la repelencia al agua y la durabilidad, R^1 es preferiblemente un grupo alquilo que tiene 10 o más átomos de carbono, un grupo alquilo fluorado que tiene de 10 a 30 átomos de carbono, o un
55 grupo alquilo fluorado que contiene un grupo conector, mientras que R^{11} es preferiblemente un grupo alquilo que tiene de 1 a 30 átomos de carbono, un grupo alquilo fluorado que tiene de 1 a 30 átomos de carbono o un grupo alquilo fluorado que contiene un grupo conector.

A continuación, se indican los ejemplos específicos preferidos de R^1 y R^{11} . Sin embargo, entre los siguientes ejemplos, los grupos hidrocarbonados opcionalmente sustituidos que tienen menos de 10 átomos de carbono y grupos hidrocarbonados halogenados opcionalmente sustituidos que tienen menos de 10 átomos de carbono están excluidos de R^1 .

- 5 En concreto, los ejemplos específicos incluyen, pero no se limitan a
- CH_3- , CH_3CH_2- , $(CH_3)_2CH-$, $(CH_3)_3C-$, $CH_3(CH_2)_2-$, $CH_3(CH_2)_3-$, $CH_3(CH_2)_4-$, $CH_3(CH_2)_5-$, $CH_3(CH_2)_6-$, $CH_3(CH_2)_7-$, $CH_3(CH_2)_8-$, $CH_3(CH_2)_9-$, $CH_3(CH_2)_{10}-$, $CH_3(CH_2)_{11}-$, $CH_3(CH_2)_{12}-$, $CH_3(CH_2)_{13}-$, $CH_3(CH_2)_{14}-$, $CH_3(CH_2)_{15}-$, $CH_3(CH_2)_{16}-$, $CH_3(CH_2)_{17}-$, $CH_3(CH_2)_{18}-$, $CH_3(CH_2)_{19}-$, $CH_3(CH_2)_{20}-$, $CH_3(CH_2)_{21}-$, $CH_3(CH_2)_{22}-$, $CH_3(CH_2)_{23}-$, $CH_3(CH_2)_{24}-$, $CH_3(CH_2)_{25}-$,
- 10 CF_3- , CF_3CF_2- , $(CF_3)_2CF-$, $(CF_3)_3C-$, $CF_3(CH_2)_2-$, $CF_3(CF_2)_3(CH_2)_2-$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2-$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2-$, $CF_3(CF_2)_3(CH_2)_3-$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_3-$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_3-$, $CF_3(CF_2)_4O(CF_2)_2(CH_2)_2-$, $CF_3(CF_2)_4O(CF_2)_2(CH_2)_3-$, $CF_3(CF_2)_7O(CF_2)_2(CH_2)_2-$, $CF_3(CF_2)_7CONH(CH_2)_2-$, $CF_3(CF_2)_7CONH(CH_2)_3-$, $CF_3(CF_2)_3O[CF(CF_3)CF(CF_3)O]_2CF(CF_3)CONH(CH_2)_3-$,
- 15 $CH_3(CF_2)_7(CH_2)_2-$, $CH_3(CF_2)_8(CH_2)_2-$, $CH_3(CF_2)_9(CH_2)_2-$, $CH_3(CF_2)_{10}(CH_2)_2-$, $CH_3(CF_2)_{11}(CH_2)_2-$, $CH_3(CF_2)_{12}(CH_2)_2-$, $CH_3(CF_2)_7(CH_2)_3-$, $CH_3(CF_2)_9(CH_2)_3-$, $CH_3(CF_2)_{11}(CH_2)_3-$, $CH_3CH_2(CF_2)_6(CH_2)_2-$, $CH_3CH_2(CF_2)_8(CH_2)_2-$, $CH_3CH_2(CF_2)_{10}(CH_2)_2-$, $CH_3(CF_2)_4O(CF_2)_2(CH_2)_2-$, $CH_3(CF_2)_7(CH_2)_2O(CH_2)_3-$, $CH_3(CF_2)_8(CH_2)_2O(CH_2)_3-$, $CH_3(CF_2)_9(CH_2)_2O(CH_2)_3-$, $CH_3CH_2(CF_2)_6(CH_2)_2O(CH_2)_3-$, $CH_3(CF_2)_6CONH(CH_2)_3-$, $CH_3(CF_2)_8CONH(CH_2)_3-$ y $CH_3(CF_2)_3O[CF(CF_3)CF(CF_3)O]_2CF(CF_3)CONH(CH_2)_3-$.
- 20 M y M^1 respectivamente e independientemente representan un tipo de átomo seleccionado del grupo que consiste en un átomo de silicio, átomo de germanio, átomo de estaño, átomo de titanio y átomo de circonio. Entre estos, M y M^1 son preferiblemente ambos átomos de silicio, desde el punto de vista de la facilidad de adquisición de la materia prima, reactividad y similares.
- 25 X y X^1 respectivamente e independientemente representan un grupo hidroxilo o un grupo hidrolítico. No hay limitaciones particulares en el grupo hidrolítico con la condición de que sea un grupo que se hidroliza por reacción con agua. Los ejemplos incluyen grupos alcoxi opcionalmente sustituidos que tienen de 1 a 6 átomos de carbono, grupos aciloxi opcionalmente sustituidos, átomos de halógeno, tales como un átomo de flúor, átomo de cloro, átomo de bromo o átomo de yodo, grupos isocianato, grupos ciano, grupos amino y grupos amida.
- 30 Los ejemplos de un grupo alcoxi que tiene de 1 a 6 átomos de carbono incluyen un grupo metoxi, grupo etoxi, grupo n-propoxi, grupo isopropoxi, grupo n-butoxi, grupo sec-butoxi, grupo t-butoxi, grupo n-pentiloxi y grupo n-hexiloxi. Los ejemplos de un grupo aciloxi incluyen un grupo acetoxi, grupo propioniloxi, grupo n-propilcarboniloxi, grupo isopropilcarboniloxi y grupo n-butilcarboniloxi. Los ejemplos de sustituyentes de los mismos incluyen un grupo carboxilo, grupo amida, grupo imida, grupo éster y grupo hidroxilo. Entre estos, X y X^1 son preferiblemente un grupo hidroxilo, grupo alcoxi que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, grupo aciloxi, átomo de halógeno y grupo isocianato, y más preferiblemente un grupo alcoxi que tiene de 1 a 4 átomos de carbono o un grupo aciloxi.
- 35 n representa un número entero de 1 a $(m-1)$, mientras que n^1 representa un número entero de 1 a (m^1-1) . n y n^1 preferiblemente son 1 en términos de producción de una película fina orgánica altamente densa.
- m representa la valencia del átomo de metal M , mientras que m^1 representa el número de átomos del átomo de metal M^1 .
- 40 Los R^1 pueden ser iguales o diferentes cuando n es 2 o más, y los X pueden ser iguales o diferentes cuando $(m-n)$ es 2 o más. Además, los R^{11} pueden ser iguales o diferentes cuando n^1 es 2 o más, y los X^1 pueden ser iguales o diferentes cuando (m^1-n^1) es 2 o más.
- En la presente invención, un compuesto representado por la fórmula (II) mencionada antes es más preferido para el compuesto representado por la fórmula (I) mencionada antes, mientras que un compuesto representado por la fórmula (IV) mencionada antes es más preferido para el compuesto representado por la fórmula (III).
- 45 En la fórmula (II) o fórmula (IV), M , X , m , M^1 , X^1 y m^1 son igual como se han definido previamente.
- $R^{21} \sim R^{23}$, $R^{201} \sim R^{203}$, R^{31} , R^{32} , R^{301} y R^{302} respectivamente e independientemente representan un átomo de hidrógeno o un átomo de flúor.
- R^4 y R^{41} respectivamente e independientemente representan un grupo alquileo, grupo vinileno, grupo etilnileno, grupo arileno, o un grupo conector divalente que contiene un átomo de silicio y/o un átomo de oxígeno.
- 50 Los ejemplos específicos de R^4 y R^{41} se indican a continuación.



(En las fórmulas, a y b representan números naturales arbitrarios).

5 En las fórmulas (II) y (IV) anteriores, Y e Y¹ representan un átomo de hidrógeno; grupos alquilo tales como un grupo metilo, grupo etilo, grupo n-propilo, grupo isopropilo, grupo n-butilo, grupo isobutilo, grupo sec-butilo, grupo t-butilo, grupo n-pentilo, grupo isopentilo, grupo neopentilo, grupo t-pentilo, grupo n-hexilo o grupo isohexilo; grupos alcoxi tales como un grupo metoxi, grupo etoxi, grupo n-propoxi, grupo isopropoxi, grupo n-butoxi, grupo sec-butoxi, grupo t-butoxi, grupo n-pentiloxi o grupo n-hexiloxi; grupos alquilo que contienen flúor en los que una parte o todos los átomos de hidrógeno de un grupo alquilo están sustituidos por átomos de flúor; o grupos alcoxi que contiene flúor en lo que una parte o todos los átomos de hidrógeno de un grupo alcoxi están sustituidos por átomos de flúor.

10 r representa 0 o un número entero de 1 a (m-2), y r¹ representa 0 o un número entero de 1 a (m¹-2), aunque r y r¹ son preferiblemente 0 en términos de producción de una película fina orgánica altamente densa.

Los Y pueden ser iguales o diferentes cuando r es 2 o más, y los X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-r-1) es 2 o más. Además, los Y¹ pueden ser iguales o diferentes cuando r¹ es 2 o más, y los X¹ pueden ser iguales o

diferentes cuando (m^1-r^1-1) es 2 o más. Sin embargo, al menos uno de Y y X es un grupo hidroxilo o un grupo hidrolítico, y al menos uno de Y^1 y X^1 es un grupo hidroxilo o un grupo hidrolítico.

p y p^1 representan 0 o un número natural, mientras que q y q^1 representan 0 o 1. Grupos representados por la fórmula $C(R^{31})(R^{32})$ pueden ser iguales o diferentes cuando p es 2 o más, y grupos representados por la fórmula: $C(R^{301})(R^{302})$ pueden ser iguales o diferentes cuando p^1 es 2 o más.

Los ejemplos específicos de compuestos representados por la fórmula (I) y la fórmula (III) se indican más adelante. Sin embargo, entre estos, los grupos hidrocarbonados o grupos hidrocarbonados halogenados en los que la parte correspondiente a R^1 tiene menos de 10 átomos de carbono se excluyen de los compuestos representados por la fórmula (I).

Aunque en los siguientes ejemplos los compuestos en los que el átomo de metal es un átomo de silicio se muestran como ejemplos típicos, la presente invención no está limitada a los mismos.

En concreto, los ejemplos incluyen, pero no se limitan a $CH_3(CH_2)_5Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_7Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_9Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_{11}Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_{13}Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_{15}Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_{17}Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_{19}Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_{21}Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_{17}Si(OCH_2CH_3)$, $CH_3(CH_2)_{17}SiCl_3$, $CH_3(CH_2)_9Si(OCH_2CH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_9SiCl_3$, $CH_3(CH_2)_9Si(CH_3)(OCH_2CH_3)_2$, $CH_3(CH_2)_9Si(CH_3)(OCH_3)_2$, $CH_3(CH_2)_9Si(CH_3)_2(OCH_2CH_3)$, $CH_3(CH_2)_9Si(CH_3)_2(OCH_3)$,

$CH_3CH_2O(CH_2)_{15}Si(OCH_3)_3$, $CF_3CH_2O(CH_2)_{15}Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_2Si(CH_3)_2(CH_2)_{15}Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CH_2)_6Si(CH_3)_2(CH_2)_9Si(OCH_3)_3$, $CH_3COO(CH_2)_{15}Si(OCH_3)_3$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2Si(OCH_3)_3$, $CF_3(CF_2)_7-(CH=CH)_3-Si(OCH_3)_3$, $CH_3CH_2O(CH_2)_{15}Si(OC_2H_5)_3$, $CH_3(CH_2)_2Si(CH_3)_2(CH_2)_{15}Si(OC_2H_5)_3$, $CH_3(CH_2)_6Si(CH_3)_2(CH_2)_9Si(OC_2H_5)_3$, $CF_3(CH_2)_6Si(CH_3)_2(CH_2)_9Si(OC_2H_5)_3$, $CH_3COO(CH_2)_{15}Si(OC_2H_5)_3$, $CF_3COO(CH_2)_{15}Si(OCH_3)_3$, $CF_3(CF_2)_9(CH_2)_2Si(OC_2H_5)_3$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)Si(OC_2H_5)_3$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2Si(OC_2H_5)_3$, $CF_3(CF_2)_7(CH=CH)_3Si(OC_2H_5)_3$, $CF_3(CF_2)_9(CH_2)_2Si(OCH_3)_3$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2Si(OCH_3)_3$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(CH_3)(OC_2H_5)_2$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(CH_3)(OCH_3)_2$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(CH_3)_2(OC_2H_5)$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(CH_3)_2(OCH_3)$,

$CF_3(CH_2)_2SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_3(CH_2)_2SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_3(CH_2)_3SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_3SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_3SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_4O(CF_2)_2(CH_2)_2SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_4O(CF_2)_2(CH_2)_3SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2O(CH_2)_3SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_7CONH(CH_2)_2SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_7CONH(CH_2)_3SiCl_3$, $CF_3(CF_2)_3O[CF(CF_3)CF(CF_3)O]_2CF(CF_3)CONH(CH_2)_3SiCl_3$,

$CF_3(CF_2)_3(CH_2)_2Si(CH_3)Cl_2$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2Si(CH_3)Cl_2$, $CF_3(CH_2)_2Si(CH_3)Cl_2$, $CF_3(CF_2)_3(CH_2)_3Si(CH_3)Cl_2$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_3Si(CH_3)Cl_2$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_3Si(CH_3)Cl_2$, $CF_3(CF_2)_4(CF_2)_2(CH_2)_2Si(CH_3)Cl_2$, $CF_3(CF_2)_4(CF_2)_2(CH_2)_3Si(CH_3)Cl_2$, $CF_3(CF_2)_4(CH_2)_2O(CH_2)_3Si(CH_3)Cl_2$, $CF_3(CF_2)_7CONH(CH_2)_2Si(CH_3)Cl_2$, $CF_3(CF_2)_7CONH(CH_2)_3Si(CH_3)Cl_2$, $CF_3(CF_2)_3O[CF(CF_3)CF(CF_3)O]_2CF(CF_3)CONH(CH_2)_3Si(CH_3)Cl_2$, $CH_3(CH_2)_7SiCl_3$, $CH_3(CF_2)_7(CH_2)_2SiCl_3$, $CH_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(CH_3)Cl_2$, $CH_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(NCO)_3$, $CH_3(CF_2)_8(CH_2)_2SiCl_3$, $CH_3(CF_2)_8(CH_2)_2Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CF_2)_8(CH_2)_2Si(NCO)_3$, $CH_3(CF_2)_9(CH_2)_2SiCl_3$, $CH_3(CF_2)_9(CH_2)_2Si(OCH_3)_3$, $CH_3(CF_2)_9(CH_2)_2Si(NCO)_3$,

$CH_3CH_2(CF_2)_6(CH_2)_2SiCl_3$, $CH_3CH_2(CF_2)_6(CH_2)_2Si(OCH_3)_3$, $CH_3CH_2(CF_2)_6(CH_2)_2Si(NCO)_3$, $CH_3CH_2(CF_2)_8(CH_2)_2SiCl_3$, $CH_3CH_2(CF_2)_8(CH_2)_2Si(OCH_3)_3$, $CH_3CH_2(CF_2)_8(CH_2)_2Si(NCO)_3$, $CH_3CH_2(CF_2)_{10}(CH_2)_2SiCl_3$, $CH_3(CF_2)_4O(CF_2)_2(CH_2)_2SiCl_3$, $CH_3(CF_2)_4O(CF_2)_2(CH_2)_3SiCl_3$, $CH_3(CF_2)_7(CH_2)_2O(CH_2)_3SiCl_3$, $CH_3(CF_2)_7CONH(CH_2)_3SiCl_3$, $CH_3(CF_2)_6CONH(CH_2)_3SiCl_3$, $CH_3(CF_2)_8CONH(CH_2)_3SiCl_3$, $CH_3(CF_2)_3O[CF(CF_3)CF(CF_3)O]_2CF(CF_3)CONH(CH_2)_3SiCl_3$,

$CH_3CH_2O(CH_2)_{15}Si(OCH_3)(OH)_2$, $CF_3CH_2O(CH_2)_{15}Si(OCH_3)(OH)_2$, $CH_3(CH_2)_2Si(CH_3)_2(CH_2)_{15}Si(OCH_3)(OH)_2$, $CH_3(CH_2)_6Si(CH_3)_2(CH_2)_9Si(OCH_3)(OH)_2$, $CH_3COO(CH_2)_{15}Si(OCH_3)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2Si(OCH_3)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_7(CH=CH)_3Si(OCH_3)(OH)_2$, $CH_3CH_2O(CH_2)_{15}Si(OC_2H_5)(OH)_2$, $CH_3(CH_2)_2Si(CH_3)_2(CH_2)_{15}Si(OC_2H_5)(OH)_2$, $CH_3(CH_2)_6Si(CH_3)_2(CH_2)_9Si(OC_2H_5)(OH)_2$, $CF_3(CH_2)_6Si(CH_3)_2(CH_2)_9Si(OC_2H_5)(OH)_2$, $CH_3COO(CH_2)_{15}Si(OC_2H_5)(OH)_2$, $CF_3COO(CH_2)_{15}Si(OCH_3)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_9(CH_2)_2Si(OC_2H_5)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(OC_2H_5)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2Si(OC_2H_5)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_7(CH=CH)_3Si(OC_2H_5)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_9(CH_2)_2Si(OCH_3)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2Si(OCH_3)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(CH_3)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_9(CH_2)_2Si(CH_3)(OH)_2$,

$CH_3CH_2O(CH_2)_{15}Si(OCH_3)_2(OH)$, $CF_3CH_2O(CH_2)_{15}Si(OCH_3)_2(OH)$, $CH_3(CH_2)_2Si(CH_3)_2(CH_2)_{15}Si(OCH_3)_2(OH)$, $CH_3(CH_2)_6Si(CH_3)_2(CH_2)_9Si(OCH_3)_2(OH)$, $CH_3COO(CH_2)_{15}Si(OCH_3)_2(OH)$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2Si(OCH_3)_2(OH)$, $CF_3(CF_2)_7(CH=CH)_3Si(OCH_3)_2(OH)$, $CH_3CH_2O(CH_2)_{15}Si(OC_2H_5)_2(OH)$, $CH_3(CH_2)_2Si(CH_3)_2(CH_2)_{15}Si(OC_2H_5)_2(OH)$, $CH_3(CH_2)_6Si(CH_3)_2(CH_2)_9Si(OC_2H_5)_2(OH)$, $CF_3(CH_2)_6Si(CH_3)_2(CH_2)_9Si(OC_2H_5)_2(OH)$, $CH_3COO(CH_2)_{15}Si(OC_2H_5)_2(OH)$, $CF_3COO(CH_2)_{15}Si(OC_2H_5)_2(OH)$, $CF_3COO(CH_2)_{15}Si(OCH_3)_2(OH)$, $CF_3(CF_2)_9(CH_2)_2Si(OC_2H_5)_2(OH)$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(OC_2H_5)_2(OH)$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2Si(OC_2H_5)_2(OH)$, $CF_3(CF_2)_7(CH=CH)_3Si(OC_2H_5)_2(OH)$, $CF_3(CF_2)_9(CH_2)_2Si(OCH_3)_2(OH)$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2Si(OCH_3)_2(OH)$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(CH_3)(OC_2H_5)(OH)$, $CF_3(CF_2)_7(CH_2)_2Si(CH_3)(OCH_3)(OH)$,

$CF_3(CH_2)_2Si(OCH_3)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_3(CH_2)_2Si(OCH_3)(OH)_2$, $CF_3(CF_2)_5(CH_2)_2Si(OCH_3)(OH)_2$,

Un tensioactivo metálico que tiene al menos un grupo hidrolítico es un compuesto representado por la fórmula (V).



5 Aunque no hay limitaciones particulares en el tensioactivo metálico que tiene al menos un grupo hidrolítico con la condición de que tenga al menos un grupo funcional capaz de ser hidrolizado y un grupo hidrófobo dentro de su misma molécula, se prefiere aquel que tiene un grupo hidrolítico que puede formar un enlace por reacción con un hidrógeno activo en la superficie de un sustrato. Más específicamente, los ejemplos preferidos incluyen compuestos representados por la fórmula (V) mencionada antes.

10 En la fórmula (V), R^{100} representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector.

Los ejemplos de un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido incluyen los sustituyentes descritos para el R^1 y R^{11} mencionados antes.

15 Los ejemplos de un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido incluyen grupos alquilo halogenados que tienen de 1 a 30 átomos de carbono, grupos alqueno halogenados que tienen de 2 a 30 átomos de carbono y grupos arilo halogenados. Los ejemplos específicos incluyen grupos en los que uno o más de los átomos de hidrógeno en un grupo hidrocarbonado se sustituyen por un átomo de halógeno tal como un átomo de flúor, un átomo de cloro o átomo de bromo.

20 Entre estos, los grupos en los que dos o más de los átomos de hidrógeno de un grupo alquilo que tiene de 1 a 30 átomos de carbono se sustituyen por átomos de halógeno son preferidos para el grupo hidrocarbonado halogenado, mientras que es más preferidos un grupo alquilo fluorado en el que dos o más de los átomos de hidrógeno de un grupo alquilo que tiene de 1 a 30 átomos de carbono se sustituyen por átomos de flúor. Además, en el caso de que el grupo alquilo fluorado tenga una estructura ramificada, la parte ramificada preferiblemente tiene de 1 a 4 átomos de carbono y preferiblemente es una cadena corta que tiene de 1 a 2 átomos de carbono.

25 Los ejemplos de grupos alquilo fluorados, el número de átomos de flúor en los grupos alquilo fluorados, los sustituyentes de los grupos hidrocarbonados opcionalmente sustituidos o grupos hidrocarbonados halogenados opcionalmente sustituidos, los grupos hidrocarbonados de grupos hidrocarbonados que contienen un conector, y los grupos hidrocarbonados halogenados de grupos hidrocarbonados halogenados que contienen un grupo conector, se describen para R^1 o R^{11} mencionados antes.

30 Además, el grupo conector mencionado antes preferiblemente está presente entre un doble enlace carbono-carbono de un grupo hidrocarbonado o un grupo hidrocarbonado halogenado, o entre un carbono de un grupo hidrocarbonado y un átomo de metal M que se describirá más adelante.

Los ejemplos específicos de grupos conectores incluyen -O-, -S-, -SO₂-, -CO-, -C(=O)O- y -C(=O)NR²¹ (en donde, R^{21} representa un átomo de hidrógeno o grupo alquilo tal como un grupo metilo, grupo etilo, grupo n-propilo o grupo isopropilo).

35 Entre estos, desde el punto de vista de la repelencia al agua y la durabilidad, R^{100} es preferiblemente un grupo alquilo que tiene de 1 a 30 átomos de carbono, un grupo alquilo fluorado que tiene de 1 a 30 átomos de carbono o un grupo alquilo fluorado que contiene un grupo conector.

Los ejemplos específicos preferidos de R^{100} se describen para el R^1 o R^{11} mencionados antes.

Un ejemplo de M es un átomo de metal previamente descrito.

40 Además, X representa un grupo hidrolítico. No hay limitaciones particulares en el grupo hidrolítico con la condición de que forme un grupo hidroxilo por descomposición por reacción con agua, ejemplos de los cuales incluyen los mencionados anteriormente grupos alcoxi opcionalmente sustituidos que tienen de 1 a 6 átomos de carbono, grupos aciloxi opcionalmente sustituidos, átomos de halógeno tales como un átomo de flúor, átomo de cloro, átomo de bromo o átomo de yodo, grupo isocianato, grupo ciano, grupo amino y grupo amida.

45 Los ejemplos de grupos alcoxi que tienen de 1 a 6 átomos de carbono incluyen los mencionados antes, grupo metoxi, grupo etoxi, grupo n-propoxi, grupo isopropoxi, grupo n-butoxi, grupo sec-butoxi, grupo t-butoxi, grupo n-pentiloxi y grupo n-hexiloxi. Los ejemplos de grupos aciloxi incluyen un grupo acetoxi, grupo propioniloxi, grupo n-propilcarboniloxi, grupo isopropilcarboniloxi y grupo n-butilcarboniloxi. Los ejemplos de un sustituyente de los mismos incluyen un grupo carboxilo, grupo amida, grupo imida, grupo éster y grupo hidroxilo.

50 Entre estos, X es preferiblemente un grupo alcoxi que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, grupo aciloxi o grupo isocianato, y más preferiblemente un grupo alcoxi que tiene de 1 a 4 átomos de carbono o un grupo aciloxi.

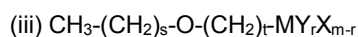
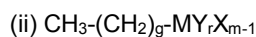
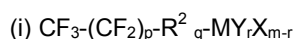
m representa la valencia de un átomo de metal M.

n representa un número entero de 1 a (m-1), y n es preferiblemente 1 en términos de formación de una película fina orgánica altamente densa.

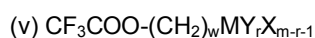
Los R¹⁰⁰ pueden ser iguales o diferentes cuando n es 2 o más.

Además, los X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-n) es 2 o más.

5 Los ejemplos de un compuesto representado por la fórmula (V) mencionada antes incluyen compuestos representados por (i) a (v) a continuación, siendo particularmente preferidos los compuestos (i).



10 (iv) $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_u\text{-Si(CH}_3\text{)}_2\text{-(CH}_2\text{)}_v\text{-MY}_r\text{X}_{m-r-1}$



En los (i) a (v) anteriores, M, X y m son iguales como se han definido previamente.

R² representa un grupo alquileo, grupo vinileno, grupo etileno, grupo arileno o grupo conector divalente que contiene un átomo de silicio y/o un átomo de oxígeno.

15 Los ejemplos específicos de R² son los mismos que los R⁴ y R⁴¹ mencionados antes.

Y representa, por ejemplo, un átomo de hidrógeno; un grupo alquilo tal como un grupo metilo, grupo etilo, grupo n-propilo, grupo isopropilo, grupo n-butilo, grupo isobutilo, grupo sec-butilo, grupo t-butilo, grupo n-pentilo, grupo isopentilo, grupo neopentilo, grupo t-pentilo, grupo n-hexilo o grupo isohexilo; un grupo alcoxi tal como un grupo metoxi, grupo etoxi, grupo n-propoxi, grupo isopropoxi, grupo n-butoxi, grupo sec-butoxi, grupo t-butoxi, grupo n-pentiloxi o grupo n-hexiloxi; un grupo alquilo que contiene flúor en el que una parte o todos los átomos de hidrógeno de un grupo alquilo se sustituyen por átomos de flúor; o un grupo alcoxi que contiene flúor en el que una parte o todos los átomos de hidrógeno de un grupo alcoxi se sustituyen por átomos de flúor.

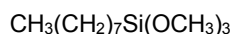
20 Aunque r representa un número entero de 0 a (m-2), preferiblemente es 0 en términos de producir una película fina orgánica altamente densa. Además, los Y pueden ser iguales o diferentes cuando r es 2 o más, y los X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-r-1) es 2 o más.

25 p representa 0 o un número natural, y q representa 0 o 1.

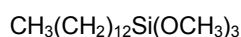
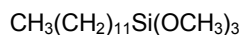
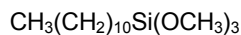
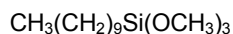
g, s, t, u, v y w representan un número entero arbitrario, y sus intervalos particularmente preferidos son de 1 a 25 para g, de 0 a 12 para s, de 1 a 20 para t, de 0 a 12 para u, de 1 a 20 para v, y de 1 a 25 para w.

30 Los ejemplos específicos de los compuestos representados por la fórmula (V) mencionada antes se indican a continuación.

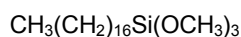
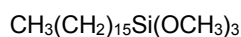
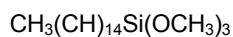
Aunque los compuestos en los que el átomo de metal es un átomo de silicio se muestran como ejemplos típicos en los siguientes ejemplos, se pueden usar otros compuestos. Además, el grupo hidrolítico no está limitado a los grupos funcionales citados previamente, sino que pueden estar unidos otros grupos hidrolíticos.



35 $\text{CH}_3\text{(CH}_2\text{)}_8\text{Si(OCH}_3\text{)}_3$



40 $\text{CH}_3\text{(CH}_2\text{)}_{13}\text{Si(OCH}_3\text{)}_3$



- $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{19}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 5 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH})_{11}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 10 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{13}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH})_{14}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 15 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{19}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 20 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}=\text{CH})_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 25 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CF}(\text{CH}_2)_6\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CH}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CF}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 30 $\text{CF}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH})_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}=\text{CH})_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
 35 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$

- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{OC}_2\text{H}_5)$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{OCH}_3)$
 5 $\text{CF}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 10 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4\text{O}(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4\text{O}(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 15 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONCH}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONCH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3\text{O}[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 20 $\text{CF}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_3)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 25 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONCH}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONCH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3\text{O}[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 30 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 35 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$

- $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})_3$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})_3$
 5 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})_3$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_{10}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_4\text{O}(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 10 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_6\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8\text{CONCH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ y,
 15 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_3\text{O}[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$.

Estos compuestos se pueden usar solos o se pueden usar en combinación dos o más tipos.

Aunque no hay limitaciones particulares en el contenido del tensioactivo metálico en la disolución de disolvente orgánico, se prefiere un intervalo de 0,1 a 30% en peso para producir una monocapa fina.

Se describe además un compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1).

- 20 No hay limitaciones particulares en el compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1) usado en la presente invención, con la condición de que sea un compuesto como se define en las reivindicaciones y sea un compuesto que activa un grupo hidrolítico o grupo hidroxilo para promover la condensación por interacción con la parte de metal o parte de grupo hidrolítico del tensioactivo metálico (1) mediante enlace de coordinación, enlace de hidrógeno, y demás

- 25 En la presente invención, se usa al menos un tipo de compuesto seleccionado del grupo que consiste en un óxido metálico, alcóxido metálico, producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico, catalizador de condensación de silanol y catalizador ácido para el compuesto mencionado antes, mientras que es más preferido el uso de al menos un tipo de alcóxido metálico o producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico.

- 30 Aunque no hay limitaciones particulares en el alcóxido metálico, se prefiere un alcóxido de al menos un tipo de metal seleccionado del grupo que consiste en titanio, zirconio, aluminio, silicio, germanio, indio, estaño, tántalo, zinc, tungsteno y plomo, por razones tales como que se puede obtener una película fina orgánica que tiene transparencia superior.

- 35 Aunque no hay limitaciones particulares en el número de átomos de carbono del grupo alcoxi del alcóxido metálico, más preferiblemente es de 1 a 4 átomos de carbono, en vista de la concentración de óxido contenida, facilidad de eliminación de sustancias orgánicas, facilidad de adquisición y demás

- 40 Los ejemplos específicos de alcóxidos metálicos usados en la presente invención incluyen alcóxidos de silicio tales como $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$, $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Si}(\text{OC}_3\text{H}_7\text{-i})_4$ y $\text{Si}(\text{OC}_4\text{H}_9\text{-t})_4$; alcóxidos de titanio tales como $\text{Ti}(\text{OCH}_3)_4$, $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7\text{-i})_4$ y $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$; tetraquis-trialquilsiloxititanio tales como $\text{Ti}[\text{OSi}(\text{CH}_3)_3]_4$ y $\text{Ti}[\text{OSi}(\text{C}_2\text{H}_5)_3]_4$; alcóxidos de circonio tales como $\text{Zr}(\text{OCH}_3)_4$, $\text{Zr}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Zr}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$ y $\text{Zr}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$; alcóxidos de aluminio tales como $\text{Al}(\text{OCH}_3)_4$, $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Al}(\text{OC}_3\text{H}_7\text{-i})_4$ y $\text{Al}(\text{OC}_4\text{H}_9)_3$; alcóxidos de germanio tales como $\text{Ge}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$; alcóxidos de indio tales como $\text{In}(\text{OCH}_3)_3$, $\text{In}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$, $\text{In}(\text{OC}_3\text{H}_7\text{-i})_3$ y $\text{In}(\text{OC}_4\text{H}_9)_3$; alcóxidos de estaño tales como $\text{Sn}(\text{OCH}_3)_4$, $\text{Sn}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Sn}(\text{OC}_3\text{H}_7\text{-i})_4$ y $\text{Sn}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$; alcóxidos de tántalo tales como $\text{Ta}(\text{OCH}_3)_5$, $\text{Ta}(\text{OC}_2\text{H}_5)_5$, $\text{Ta}(\text{OC}_3\text{H}_7\text{-i})_5$ y $\text{Ta}(\text{OC}_4\text{H}_9)_5$; alcóxidos de tungsteno tales como $\text{W}(\text{OCH}_3)_6$, $\text{W}(\text{OC}_2\text{H}_5)_6$, $\text{W}(\text{OC}_3\text{H}_7\text{-i})_6$ y $\text{W}(\text{OC}_4\text{H}_9)_6$; alcóxidos de cinc tales como $\text{Zn}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$; y alcóxidos de plomo tales como $\text{Pb}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$. Estos alcóxidos metálicos se pueden usar solos, o se pueden usar en combinación dos o más tipos.

- 45 Además, en la presente invención, se pueden usar alcóxidos complejos obtenidos por reacción de dos o más tipos de alcóxidos metálicos, alcóxidos complejos obtenidos por reacción de uno o más tipos de alcóxidos metálicos y uno

o más tipos de una sal de metal, y combinaciones de los mismos, para el alcóxido metálico.

Los ejemplos de alcóxidos complejos obtenidos por reacción de dos o más tipos de alcóxidos metálicos incluyen alcóxidos complejos obtenidos haciendo reaccionar un alcóxido de un metal alcalino o metal alcalinotérreo con un alcóxido de un metal de transición, y alcóxidos complejos obtenidos en forma de una sal compleja por combinación de un elemento del grupo 3B.

Los ejemplos específicos incluyen $\text{BaTi}(\text{OR})_6$, $\text{SrTi}(\text{OR})_6$, $\text{BaZr}(\text{OR})_6$, $\text{SrZr}(\text{OR})_6$, $\text{LiNb}(\text{OR})_6$, $\text{LiTa}(\text{OR})_6$ y combinaciones de los mismos, y productos de reacción, productos de condensación y demás de los alcóxido metálicos mencionados antes y alcóxidos de silicio tales como $\text{LiVO}(\text{OR})_4$, $\text{MgAl}_2(\text{OR})_8$, $(\text{RO})_3\text{SiOAl}(\text{OR}')_2$, $(\text{RO})_3\text{SiOTi}(\text{OR}')_3$, $(\text{RO})_3\text{SiOZr}(\text{OR}')_3$, $(\text{RO})_3\text{SiOB}(\text{OR}')_2$, $(\text{RO})_3\text{SiONb}(\text{OR}')_4$ y $(\text{RO})_3\text{SiOTa}(\text{OR}')_4$. Aquí, R y R' representan, por ejemplo, grupos alquilo.

Los ejemplos de alcóxidos complejos obtenidos haciendo reaccionar uno o más tipos de alcóxidos metálicos con uno o más tipos de sales de metales, incluyen compuestos obtenidos haciendo reaccionar una sal de metal con un alcóxido de metal.

Los ejemplos de sales de metales incluyen cloruros, nitratos, sulfatos, acetatos, formiatos y succinatos, mientras que los ejemplos de alcóxidos metálicos incluyen los mismos ejemplos de alcóxidos metálicos previamente descritos.

Se obtiene un producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico antes de que se haya hidrolizado completamente un alcóxido metálico, y está presente en el estado de un oligómero.

Un ejemplo preferido de un método para producir un producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico consiste en usar de 0,5 a menos de 2,0 veces en moles de agua respecto a los ejemplos mencionados antes de alcóxidos metálicos, e hidrolizar en un intervalo de temperatura de -100°C a la temperatura de reflujo del disolvente orgánico en el disolvente orgánico mencionado antes.

Los ejemplos específicos de dichos métodos incluyen:

(i) adición de 0,5 a menos de 1,0 veces en moles de agua respecto a un alcóxido metálico en un disolvente orgánico;

(ii) adición de 1,0 a menos de 2,0 veces en moles de agua respecto a un alcóxido metálico en un disolvente orgánico a una temperatura igual o inferior a la temperatura a la que empieza la hidrólisis, preferiblemente a 0°C o inferior, y más preferiblemente en el intervalo de -20 a -100°C , y

(iii) adición de 0,5 a menos de 2,0 veces en moles de agua respecto a un alcóxido metálico a temperatura ambiente en un disolvente orgánico, mientras se controla la velocidad de la hidrólisis, por ejemplo, mediante un método para controlar la velocidad de adición de agua, o un método que usa una disolución acuosa en la que la concentración en agua se ha disminuido por adición al agua de un disolvente soluble en agua.

En el método (i) mencionado antes, después de añadir una cantidad predeterminada de agua a una temperatura arbitraria, la reacción se puede llevar a cabo añadiendo más agua a una temperatura igual a o inferior a la temperatura a la que empieza la hidrólisis, y preferiblemente a -20°C o inferior.

Aunque la reacción entre el alcóxido metálico y el agua se puede llevar a cabo directamente mezclando el alcóxido metálico y el agua sin usar un disolvente orgánico, la reacción se lleva a cabo preferiblemente en un disolvente orgánico. Más específicamente, aunque la reacción se puede llevar a cabo usando bien un método en el que se añade agua diluida con un disolvente orgánico a una disolución de disolvente orgánico de un alcóxido metálico, o un método en el que se añade un alcóxido metálico o disolución de disolvente orgánico del mismo a un disolvente orgánico en el que se ha suspendido o disuelto agua, se prefiere el primer método en el que se añade el agua más tarde.

Aunque no hay limitaciones particulares en la concentración del alcóxido metálico en el disolvente orgánico con la condición de que inhiba la generación violenta de calor y tenga una fluidez que permita la agitación, normalmente está dentro del intervalo de 5 a 30% en peso.

No hay limitaciones particulares en la temperatura de reacción entre el alcóxido metálico y el agua en el método (i) mencionado antes, normalmente está en el intervalo de -100 a $+100^\circ\text{C}$, y preferiblemente dentro de un intervalo de temperatura de -20°C al punto de ebullición del disolvente orgánico usado o alcohol eliminado por hidrólisis.

Aunque no hay limitaciones particulares en la temperatura de adición del agua en el método (ii) mencionado antes con la condición de que depende de la estabilidad del alcóxido metálico y una temperatura igual o inferior a la temperatura de inicio de la hidrólisis o 0°C o inferior, dependiendo del tipo de alcóxido metálico, la adición del agua al alcóxido metálico se lleva a cabo preferiblemente en un intervalo de temperatura de -50 a -100°C . Además, también se puede llevar a cabo una reacción de deshidratación/condensación hidrolizando a una temperatura de temperatura ambiente a la temperatura de reflujo del disolvente usada después de haber añadido el agua a una temperatura baja y calentar durante un periodo de tiempo fijado.

La reacción entre el alcóxido metálico y el agua en el método (iii) mencionado antes se puede llevar a cabo controlando la velocidad de hidrólisis por un método distinto del que usa temperatura, tal como controlando la velocidad de adición del agua dentro de un intervalo de temperatura que permite el enfriamiento sin usar un aparato de enfriamiento especial, tal como una temperatura en el intervalo de 0°C a temperatura ambiente. Se puede llevar a cabo además una reacción de deshidratación/condensación por hidrólisis a una temperatura de temperatura ambiente a la temperatura de reflujo del disolvente usado después de calentar durante un periodo de tiempo fijado.

Se prefiere para el disolvente orgánico, un disolvente orgánico que permite que el producto de hidrólisis del alcóxido metálico sea dispersado en forma de un dispersoide en el disolvente orgánico, y es más preferido un disolvente que tiene alta solubilidad en agua que no coagula a una temperatura baja puesto que la reacción para tratar un tensioactivo metálico con agua se puede llevar a cabo a una temperatura baja.

Los ejemplos específicos de disolventes orgánicos usados incluyen disolventes alcohol tales como metanol, etanol o isopropanol; disolventes hidrocarbonados halogenados tales como cloruro de metileno, cloroformo o clorobenceno; disolventes hidrocarbonados tales como hexano, ciclohexano, benceno, tolueno o xileno; disolventes éter tales como tetrahidrofurano, éter dietílico o dioxano; disolventes cetona tales como acetona, metiletilcetona o metilisobutilcetona; disolventes amida tales como dimetilformamida o N-metilpirrolidona; disolventes sulfóxido tales como dimetilsulfóxido; y disolventes siliconas tales como metilpolisiloxano, octametilciclotetrasiloxano, decametilciclopentasiloxano o metilfenilpolisiloxano (véase, por ejemplo, la solicitud de patente japonesa no examinada, primera publicación N° H9-208438).

Estos disolventes se pueden usar solos, o se pueden usar dos o más tipos después de mezclado.

En el caso de usar un disolvente mezclado, se prefieren combinaciones de un disolvente hidrocarbonato tal como tolueno o xileno y un disolvente alcohol inferior tal como metanol, etanol, isopropanol o t-butanol. Los ejemplos preferidos de disolventes alcoholes inferiores en este caso incluyen disolventes alcoholes inferiores secundarios o superiores tales como isopropanol o t-butanol. Aunque no hay limitaciones particulares en la relación de mezcla del disolvente mezclado, la relación de mezcla de un disolvente hidrocarbonado y el disolvente alcohol inferior preferiblemente está dentro del intervalo de 99/1 a 50/50 en volumen.

Aunque no hay limitaciones particulares en el agua usada con la condición de que sea neutra, preferiblemente se usa agua pura, agua destilada o agua de intercambio iónico desde el punto de vista de las pocas impurezas y de obtener una película fina orgánica delgada.

La cantidad de agua usada es de 0,5 a menos de 2,0 veces en moles respecto a 1 mol del alcóxido metálico.

Además, se puede añadir un ácido, base o estabilizante de dispersión durante la reacción de hidrólisis parcial del alcóxido metálico por el agua. No hay limitaciones particulares del ácido o base con la condición de que funcione como un agente dispersante para redispersar el precipitado coagulado, un catalizador para producir un dispersoide tal como partículas coloidales por hidrólisis y deshidratación/condensación del alcóxido metálico, o un dispersante para el dispersoide formado.

Los ejemplos de ácidos usados incluyen ácidos inorgánicos tales como ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido bórico o ácido fluorobórico; ácidos orgánicos tales como ácido acético, ácido fórmico, ácido oxálico, ácido carbónico, ácido trifluoroacético, ácido p-toluenosulfónico o ácido metanosulfónico; y, fotogeneradores de ácidos que generan ácido al ser irradiados con luz, tales como hexafluorofosfato de difenilodinio o hexafluorofosfato de trifenilfosfonio.

Los ejemplos de bases usadas incluyen trietanolamina, trietilamina, 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undeceno, amoniaco, dimetilformamida y fosfina.

Los estabilizantes de dispersión son agentes que tienen el efecto de dispersar establemente un dispersoide en un medio de dispersión, los ejemplos de los cuales incluyen agentes dispersantes, coloides protectores y agentes anticoagulantes tales como tensioactivos. Los ejemplos específicos incluyen ácidos carboxílicos multivalentes tales como ácido glicólico, ácido glucónico, ácido láctico, ácido tartárico, ácido cítrico, ácido málico o ácido succínico; ácidos hidroxicarboxílicos; ácidos fosfórico tales como ácido pirofosfórico o ácido tripolifosfórico; compuestos de ligandos polidentados que tienen una capacidad quelante fuerte con respecto a átomos de metal, tales como acetilacetona, ácido metilacetoacético, ácido etilacetoacético, ácido n-propilacetoacético, ácido isopropilacetoacético, ácido n-butilacetoacético, 2,4-hexanodiona, 2,4-heptanodiona, 3,5-heptanodiona, 2,4-octanodiona, 2,4-nonanodiona o 5-metil-hexanoediona; ácidos grasos-aminas, ácidos hidroesteáricos o poliéster-aminas tales como Solsperse 3000, 9000, 17000, 20000 o 24000 (todos los anteriores son productos de Zeneca Corp.) o Disperbyk-161, -162, -163 o -164 (todos los anteriores son productos de BYK-Chemie Corp.); y, compuestos de silicona tales como copolímero de dimetilpolisiloxano-metil(polosiloxialquilen)siloxano, ácido trimetilsiloxisilícico, aceite de silicona modificado con carboxi o silicona modificada con amina (véase, por ejemplo, la solicitud de patente japonesa no examinada, primera publicación n° H9-208438 y 2000-53421).

El producto de hidrólisis parcial obtenido de la forma descrita antes está en forma de un dispersoide que tiene la propiedad de dispersar establemente sin agregación en un disolvente orgánico y en ausencia de un ácido, base y/o estabilizante de dispersión. En este caso, un dispersoide se refiere a partículas finas dispersadas en un sistema de

dispersión, un ejemplo específico del cual son partículas coloidales.

Aquí, el estado de dispersar establemente sin agregación se refiere al estado en el que un dispersoide de un producto de hidrólisis no coagula o se separa de forma no uniforme en un disolvente orgánico en ausencia de un ácido, base y/o estabilizante de dispersión, y preferiblemente se refiere a un estado transparente, uniforme.

5 Además, transparente se refiere al estado de tener transmitancia alta en luz visible, y más específicamente, se refiere al estado representado en términos de transmitancia espectral medida en condiciones de una concentración de dispersoide de 0,5% en peso como óxido, un camino óptico de la cubeta de cuarzo de 1 cm, el uso de un disolvente orgánico para la muestra comparativa, y una longitud de onda de la luz de 550 nm, y preferiblemente se refiere a la transmitancia de 80 a 100%.

10 Aunque no hay limitaciones particulares sobre el diámetro de partículas del dispersoide del producto de hidrólisis parcial, con el fin de obtener una transmitancia alta en luz visible, normalmente es de 1 a 100 nm, preferiblemente de 1 a 50 nm y más preferiblemente de 1 a 10 nm.

(4) Catalizador capaz de interactuar con tensioactivo metálico

15 No hay limitaciones particulares sobre el catalizador capaz de interactuar con el tensioactivo metálico con la condición de que interactúe con la parte de metal o la parte de grupo hidrolítico del tensioactivo metálico mediante enlace de coordinación o de hidrógeno, y tenga una acción que promueva la condensación por activación de un grupo hidrolítico o hidroxilo. En particular, se prefiere al menos un tipo de compuesto seleccionado del grupo que consiste en un óxido metálico, alcóxido metálico, producto de hidrólisis parcial de alcóxido metálico, catalizador de condensación de silanol y catalizador ácido, y más preferiblemente un alcóxido metálico o producto de hidrólisis parcial de alcóxido metálico.

20 Aunque no hay limitaciones particulares sobre el óxido metálico, los ejemplos preferidos incluyen un óxido de al menos un tipo de metal seleccionado del grupo que consiste en titanio, zirconio, aluminio, silicio, germanio, indio, estaño, tántalo, zinc, tungsteno y plomo.

25 El óxido metálico se puede usar en el estado de un sol, gel o sólido, y demás No hay limitaciones particulares en el método usado para producir un gel o sol, y los ejemplos de métodos para producir un sol de sílice incluyen un método que consiste en intercambio catiónico de una disolución de silicato sódico, y un método que consiste en la hidrólisis de un alcóxido de silicio. En particular, se prefiere un sol establemente disperso en un disolvente orgánico, y el diámetro particular del sol preferiblemente está dentro del intervalo de 10 a 100 nm, y más preferiblemente de 10 a 20 nm. No hay limitaciones particulares en la forma del sol, y se pueden usar partículas estrechas, esféricas o largas, y demás

30 Los ejemplos específicos incluyen sol de sílice y metanol, IPA-ST-UP, IPA-ST-ZL, NPC-ST-30, DMAC-ST, MEK-ST, MIBK-ST, XBA-ST y PMA-ST (todos los anteriores son nombres comerciales de soles de organosilíce fabricados por Nissan Chemical Industries, Ltd.).

35 Aunque no hay limitaciones particulares sobre el alcóxido metálico, se prefieren los alcóxidos de los metales mencionados antes por razones tales como que pueden obtener una película fina orgánica que tiene transparencia superior, y aunque no hay limitaciones en el número de átomos de carbono del grupo alcoxi del alcóxido metálico, más preferiblemente es de 1 a 4 átomos de carbono en vista de la concentración de óxido contenida, la facilidad de eliminación de sustancias orgánicas, la facilidad de adquisición, y demás.

40 Los ejemplos específicos de alcóxidos metálicos usados en la presente invención incluyen alcóxidos metálicos de los alcóxidos metálicos mencionados antes, y estos alcóxidos metálicos se pueden usar solos o se pueden usar dos o más tipos en combinación.

Además, en la presente invención, se pueden usar alcóxidos complejos obtenidos por reacción de dos o más tipos de alcóxidos metálicos, alcóxidos complejos obtenidos por reacción de uno o más tipos de alcóxidos metálicos y uno o más tipos de una sal de metal, y combinaciones de los mismos.

45 Los ejemplos de alcóxidos complejos obtenidos por reacción de dos o más tipos de alcóxidos metálicos incluyen los ejemplos previamente citados de alcóxidos complejos.

50 Los ejemplos específicos incluyen los mencionados antes BaTi(OR)_6 , SrTi(OR)_6 , BaZr(OR)_6 , SrZr(OR)_6 , LiNb(OR)_6 , LiTa(OR)_6 y combinaciones de los mismos, y productos de reacción, productos de condensación y similares de los alcóxidos metálicos mencionados antes y alcóxidos de silicio tales como LiVO(OR)_4 , $\text{MgAl}_2(\text{OR})_8$, $(\text{RO})_3\text{SiOAl(OR')}_2$, $(\text{RO})_3\text{SiOTi(OR')}_3$, $(\text{RO})_3\text{SiOZr(OR')}_3$, $(\text{RO})_3\text{SiOB(OR')}_2$, $(\text{RO})_3\text{SiONb(OR')}_4$ y $(\text{RO})_3\text{SiOTa(OR')}_4$. Aquí, R y R' representan, por ejemplo, grupos alquilo.

Los ejemplos de alcóxidos complejos obtenidos por reacción de uno o más tipos de alcóxidos metálicos con uno o más tipos de sales de metales, incluyen compuestos obtenidos por reacción de una sal de metal con un alcóxido de metal.

Los ejemplos de sales de metales y productos de hidrólisis parcial de alcóxidos metálicos incluyen los ejemplos citados previamente.

5 Además, un ejemplo preferido de un método para producir un producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico consiste en usar de 0,5 a menos de 2,0 veces en moles de agua respecto a los ejemplos mencionados antes de alcóxidos metálicos, e hidrolizar dentro de un intervalo de temperatura de -100°C a la temperatura de reflujo del disolvente orgánico en el disolvente orgánico mencionado antes. Los ejemplos específicos incluyen el método mencionado antes.

10 Los ejemplos previamente descritos se pueden usar para la reacción entre el alcóxido metálico y agua, concentración del alcóxido metálico en el disolvente orgánico, métodos (i), (ii) y (iii), disolvente orgánico usado y ejemplos específicos de los disolventes orgánicos usados.

Estos disolventes se pueden usar solos, o se pueden usar dos o más tipos después de mezclado.

15 En el caso de usar un disolvente mezclado, se prefieren combinaciones de un disolvente hidrocarbonado tal como tolueno o xileno y un disolvente alcohol inferior tal como metanol, etanol, isopropanol o t-butanol. Los ejemplos preferidos de disolventes alcoholes inferiores en este caso incluyen disolventes alcoholes inferiores secundarios o superiores tales como isopropanol o t-butanol. Aunque no hay limitaciones particulares en la relación de mezcla del disolvente mezclado, la relación de mezcla de un disolvente hidrocarbonado y el disolvente alcohol inferior preferiblemente está dentro del intervalo de 99/1 a 50/50 en volumen.

20 Aunque no hay limitaciones particulares en el agua usada con la condición de que sea neutra, preferiblemente se usa agua pura, agua destilada o agua de intercambio iónico desde el punto de vista de las pocas impurezas y de obtener una película fina orgánica delgada.

La cantidad de agua usada es 2 veces en moles o más, preferiblemente de 2,0 a 8,0 veces en moles, y más preferiblemente de 3 a 5 veces en moles respecto al alcóxido metálico.

25 Además, se puede añadir un ácido, base o estabilizante de dispersión durante la reacción de hidrólisis parcial del alcóxido metálico por el agua. No hay limitaciones particulares en el ácido o base con la condición de que funcione como un agente dispersante para redispersar el precipitado coagulado, catalizador para hidrolizar el alcóxido metálico y producir un dispersoide tal como partículas coloidales por hidrólisis y deshidratación/condensación, y un dispersante para el dispersoide formado.

30 Los ejemplos de ácidos usados, estabilizantes de dispersión, productos de hidrólisis parcial, el estado de dispersión estable sin coagulación y transparencia son los mismos que se han descrito previamente, y aunque no hay limitaciones particulares en el diámetro de partículas del dispersoide del producto de hidrólisis, con el fin de obtener una transmitancia alta en luz visible, normalmente es de 1 a 100 nm, preferiblemente de 1 a 50 nm y más preferiblemente de 1 a 10 nm.

35 Los ejemplos de catalizadores de condensación de silanol usados como catalizadores capaces de interactuar con el tensioactivo metálico incluyen carboxilatos de metal, ésteres de carboxilatos de metal, polímeros de carboxilatos de metal, quelatos de carboxilatos de metal, ésteres de titanato y quelatos de éster de titanato.

40 Los ejemplos específicos incluyen acetato estannoso, dilaurato de dibutilestaño, dioctato de dibutilestaño, diacetato de dibutilestaño, dilaurato de dioctilestaño, dioctato de dioctilestaño, diacetato de dioctilestaño, dioctanoato estannoso, naftenato de plomo, naftenato de cobalto, 2-etilhexanoato de hierro, bisociltioglicolato de dioctilestaño, maleato de dioctilestaño, polímero de maleato de dibutilestaño, polímero de mercaptopropionato de dimetilestaño, bisacetil-acetato de dibutilestaño, bisaceti-laurato de dioctilestaño, tetraetóxido de titanio, tetrabutóxido de titanio, tetrakispropóxido de titanio y bis(acetilacetoni)ldipropóxido de titanio.

45 Los ejemplos de catalizadores ácidos usados como un catalizador capaz de interactuar con el tensioactivo metálico incluyen ácidos minerales tales como ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido bórico o ácido fluorobórico y ácidos orgánicos tales como ácido acético, ácido fórmico, ácido oxálico, ácido carbónico, ácido trifluoroacético, ácido p-toluenosulfónico y ácido metanosulfónico, así como fotogeneradores de ácido que generan ácido al ser irradiados con luz, ejemplos específicos de los cuales incluyen hexafluorofosfato de difenilyodinio o hexafluorofosfato de trifenilfosfonio.

50 Aunque no hay limitaciones particulares en la cantidad de catalizador capaz de interactuar con el tensioactivo metálico usado con la condición de que sea una cantidad que no afecte a las propiedades físicas de la película fina orgánica unimolecular formada, normalmente es de 0,001 a 1 mol y preferiblemente de 0,001 a 0,2 moles por 1 mol de tensioactivo metálico en términos del número de moles como óxido.

(5) Compuesto que contiene grupo hidroxilo

El compuesto que contiene grupo hidroxilo mencionado antes es un compuesto en el que un grupo hidrolítico del tensioactivo metálico se ha cambiado por un grupo hidroxilo debido a que el tensioactivo metálico es hidrolizado

como resultado de la reacción con agua. No hay limitaciones particulares en el compuesto que contiene grupo hidroxilo con la condición de que tenga al menos un grupo hidroxilo y grupo hidrófobo dentro de la misma molécula. Los ejemplos específicos incluyen compuestos que tienen un grupo hidroxilo, compuestos que tienen dos grupos hidroxilo y compuestos que tienen tres grupos hidroxilo, aunque un ejemplo particularmente preferido es un compuesto representado por la siguiente fórmula (VI):

5

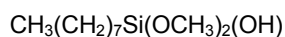


(en donde, R^{100} , M, X, m y n son igual como se han definido previamente, y los X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-n-1) es 2 o más).

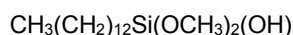
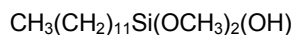
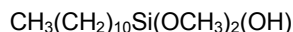
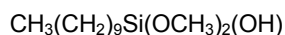
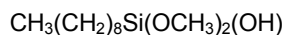
10

Los ejemplos específicos de compuestos que contienen grupo hidroxilo se indican en los siguientes grupos A a C. Aunque se muestran los compuestos en los que un átomo de silicio se usa para el átomo de metal M como ejemplos típicos en los siguientes ejemplos, los ejemplos también incluyen compuestos similares en el caso de otro átomo de metal M también.

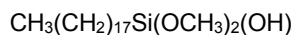
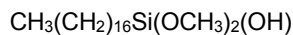
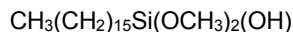
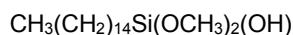
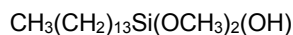
(Grupo A) Compuestos que tienen un grupo hidroxilo



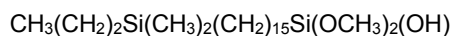
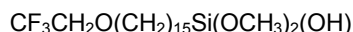
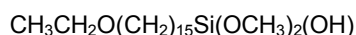
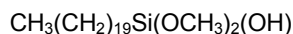
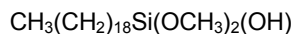
15



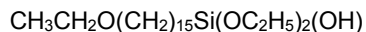
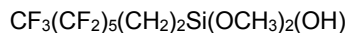
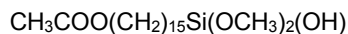
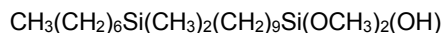
20



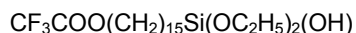
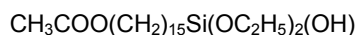
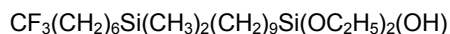
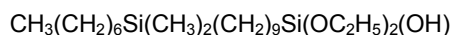
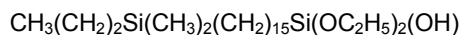
25



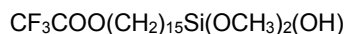
30



35



40



- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}=\text{CH})_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2(\text{OH})$
- 5
- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
- 10
- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
- 15
- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4\text{O}(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4\text{O}(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONH}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
- 20
- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3\text{O}[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
- 25
- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
- 30
- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONH}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3\text{O}[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
- 35
- $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)(\text{OH})$

- $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})_2(\text{OH})$
 5 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})_2(\text{OH})$
 10 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_{10}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_{40}(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 15 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_6\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 20 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_3\text{O}[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{OH})$

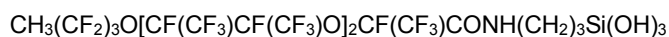
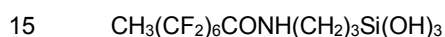
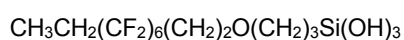
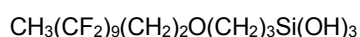
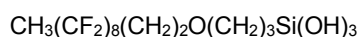
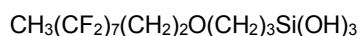
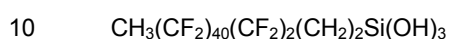
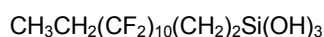
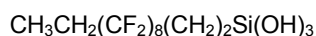
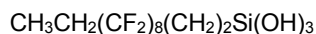
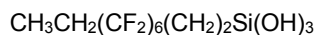
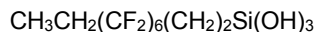
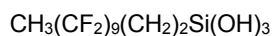
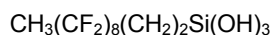
(Grupo B) Compuestos que tienen dos grupos hidroxilo

- $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 25 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{13}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 30 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 35 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{19}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$

- $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OCH}_3)_1(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
- 5
- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}=\text{CH})_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{OH})_2$
- 10
- $\text{CF}_3(\text{CH}_2)_6\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{OH})_2$
- 15
- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}=\text{CH})_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
- 20
- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
- 25
- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4\text{O}(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
- 30
- $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4\text{O}(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONH}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3\text{O}[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
- 35
- $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$

- $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})(\text{OH})_2$
 5 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})(\text{OH})_2$
 10 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NCO})(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_{10}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_4\text{O}(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 15 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CF}_2)_6(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_6\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 20 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_3\text{O}[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)(\text{OH})_2$
 (Grupo C) Compuestos que tienen tres grupos hidroxilo
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OH})_3$
 25 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{13}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{Si}(\text{OH})_3$
 30 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{19}\text{Si}(\text{OH})_3$
 35 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OH})_3$

- $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 5 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}=\text{CH})_3\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CH}_2)_6\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{CH}_2)_9\text{Si}(\text{OH})_3$
 10 $\text{CH}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_{15}\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 15 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}=\text{CH})_3\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_9(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 20 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OH})_3$
 25 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4\text{O}(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_4\text{O}(\text{CF}_2)_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONH}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 30 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_7\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_3\text{O}[\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O}]_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 35 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_7(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$
 $\text{CH}_3(\text{CF}_2)_8(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OH})_3$



Estos compuestos se pueden usar solos o se pueden usar dos o más tipos en combinación.

(6) Disolvente orgánico

20 Los ejemplos del disolvente orgánico usado en la disolución de disolvente orgánico mencionada antes incluyen disolventes hidrocarbonados, disolventes fluorocarbonados y disolventes de silicona, siendo preferidos los disolventes hidrocarbonados, y siendo particularmente preferidos los disolventes hidrocarbonados que tienen un punto de ebullición de 100 a 250°C.

25 Los ejemplos específicos de disolventes orgánicos incluyen disolventes hidrocarbonados tales como n-hexano, ciclohexano, benceno, tolueno, xileno, nafta de petróleo, nafta de disolvente, éter de petróleo, benceno de petróleo, isoparafina, parafina normal, decalina, gasolina industrial, queroseno o ligroína;

30 disolventes clorofluorohidrocarbonados tales como $\text{CBr}_2\text{ClCF}_3$, $\text{CClF}_2\text{CF}_2\text{CCl}_3$, $\text{CClF}_2\text{CF}_2\text{CHFCl}$, $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CHCl}_2$, $\text{CF}_3\text{CBrFCBrF}_2$, $\text{CClF}_2\text{CClFCF}_2\text{CCl}_3$, $\text{Cl}(\text{CF}_2\text{CFCl})_2\text{Cl}$, $\text{Cl}(\text{CF}_2\text{CFCl})_2\text{CF}_2\text{CCl}_3$ y $\text{Cl}(\text{CF}_2\text{CFCl})_3\text{Cl}$; disolventes fluorocarbonados tales como Fluorinert (fabricado por 3M) o Afrude (fabricado por Asahi Glass); y, disolventes de silicona tales como dimetilsilicona, fenilsilicona, silicona modificada con alquilo y poliéter de silicona. Estos disolventes se pueden usar solos o se pueden usar dos o más tipos en combinación.

(7) Preparación del agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica

35 Un agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica se puede obtener mezclando el tensioactivo metálico (1) mencionado antes y un compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1) mencionado antes (en lo sucesivo denominado "componente B").

Más específicamente, el agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica se puede preparar por tratamiento del tensioactivo metálico (1) mencionado antes con agua en un disolvente orgánico en presencia del componente B.

40 En la presente invención, el tensioactivo metálico (1) preferiblemente está contenido en el agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica en una cantidad de 0,5 a 8,0 moles, y más preferiblemente de 1,5 a 3,0 moles, por 1 mol del componente B.

45 Los ejemplos específicos de métodos para tratar el tensioactivo metálico (1) con agua en un disolvente orgánico en presencia del componente (B) incluyen: (a) un método en el que se añade agua a una disolución de disolvente orgánico del tensioactivo metálico (1) y el componente B, y (b) un método en el que se añade el componente B a una disolución de disolvente orgánico del tensioactivo metálico (1) y agua. El componente B típicamente se usa en el

estado de un disolvente orgánico que contiene agua.

Los ejemplos preferidos de disolventes orgánicos usados para preparar el agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica incluyen disolventes hidrocarbonados, disolventes fluorocarbonados y disolventes de silicona, usándose en particular preferiblemente los que tienen un punto de ebullición de 100 a 250°C.

5 Los ejemplos específicos de disolventes orgánicos incluyen disolventes hidrocarbonados tales como n-hexano, ciclohexano, benceno, tolueno, xileno, nafta de petróleo, nafta de disolvente, éter de petróleo, benceno de petróleo, isoparafina, parafina normal, decalina, gasolina industrial, queroseno o ligroína;

10 disolventes clorofluorohidrocarbonados tales como $\text{CBr}_2\text{ClCF}_3$, $\text{CClF}_2\text{CF}_2\text{CCl}_3$, $\text{CClF}_2\text{CF}_2\text{CHFCl}$, $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CHCl}_2$, $\text{CF}_3\text{CBrFCBrF}_2$, $\text{CClF}_2\text{CClF}_2\text{CCl}_3$, $\text{Cl}(\text{CF}_2\text{CFCl})_2\text{Cl}$, $\text{Cl}(\text{CF}_2\text{CFCl})_2\text{CF}_2\text{CCl}_3$ y $\text{Cl}(\text{CF}_2\text{CFCl})_3\text{Cl}$; disolventes fluorocarbonados tales como Fluorinert (3M) o Afrude (Asahi Glass); y, disolventes de silicona tales como dimetilsilicona, fenilsilicona, silicona modificada con alquilo y poliéter de silicona. Estos disolventes se pueden usar solos o se pueden usar dos o más tipos en combinación.

Además, el agua añadida en el método (a) y el componente B añadido en el método (b) se diluyen preferiblemente con un disolvente orgánico y similar, para inhibir las reacciones violentas.

15 Un agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica obtenido de la forma descrita antes, preferiblemente puede interactuar con el tensioactivo metálico (2) mencionado antes.

(8) Preparación de una disolución para la formación de una película fina orgánica

20 Una disolución para la formación de una película fina orgánica se puede obtener a partir del agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica y el tensioactivo metálico (2). Más específicamente, la disolución para la formación de una película fina orgánica se puede obtener por agitación de una mezcla del tensioactivo metálico (2), un disolvente orgánico, el agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica y agua según se desee.

25 Aunque no hay limitaciones particulares en la cantidad del agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica para preparar la disolución para la formación de una película fina orgánica con la condición de que no afecte a las propiedades físicas de la película fina orgánica unimolecular formada, normalmente es de 0,001 a 1 mol y preferiblemente de 0,001 a 0,2 moles por 1 mol de tensioactivo metálico (2) como número de moles como óxido.

30 Los ejemplos específicos de métodos para preparar la disolución para la formación de una película fina orgánica incluyen: (a) un método en el que se añade agua a una disolución de disolvente orgánico del agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica y el tensioactivo metálico (2), y (b) un método en el que el agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica se añade a una disolución mezclada del tensioactivo metálico (2) y agua. Además, el agua añadida en el método (a) y el agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica añadido en el método (b) preferiblemente se diluyen con un disolvente orgánico y demás para inhibir las reacciones violentas.

35 Los ejemplos preferidos de disolventes orgánicos usados para preparar la disolución para la formación de una película fina orgánica incluyen disolventes hidrocarbonados, disolventes fluorocarbonados y disolventes de silicona, usándose en particular preferiblemente los que tienen un punto de ebullición de 100 a 250°C. Más específicamente, se pueden usar los mismos disolventes hidrocarbonados, disolventes fluorocarbonados y disolventes de silicona, previamente citados como ejemplos que se pueden usar para preparar el agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica.

40 La cantidad de agua usada para preparar el disolvente para la formación de una película fina orgánica se puede determinar adecuadamente de acuerdo con los tipos de tensioactivo metálico (2) usado, agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica, sustrato que se va a revestir y demás. Si la cantidad de agua usada es excesivamente grande, el tensioactivo metálico (2) se une a sí mismo y se inhibe la adsorción química a la superficie del sustrato, produciéndose así el riesgo de que no se forme una monocapa.

45 La temperatura de agitación de la mezcla del tensioactivo metálico (2), disolvente orgánico, agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica y agua normalmente es de -100 a +100°C y preferiblemente de -20 a +50°C. El tiempo de agitación normalmente es de varios minutos a varias horas.

Además, preferiblemente se lleva a cabo tratamiento con ultrasonidos en este caso para obtener una disolución uniforme para la formación de una película fina orgánica.

50 Aunque se puede formar un precipitado que contiene óxido metálico y demás en la disolución preparada para la formación de una película fina orgánica, preferiblemente las impurezas tales como estos precipitados se eliminan para obtener una película fina orgánica unimolecular, delgada sin impurezas. Los precipitados se pueden eliminar fácilmente por un procedimiento tal como filtración o decantación.

En la presente invención, se usa una disolución en la que su contenido de humedad se ha ajustado o mantenido

para que esté dentro de un intervalo predeterminado para la disolución para la formación de una película fina orgánica. El contenido de humedad de la disolución para la formación de una película fina orgánica se define en las reivindicaciones y preferiblemente es una cantidad dentro de un intervalo que no causa problemas tales como la inhibición de la adsorción química a la superficie del sustrato, prevención de la producción de una monocapa fina, pérdida de la cantidad de tensioactivo metálico que permite el uso eficaz, o desactivación del catalizador. Además, en el caso de poner en contacto la disolución con el sustrato por inmersión, se prefiere un contenido de humedad mayor que el que es suficiente para promover y activar la superficie del sustrato o formación de película, para la formación de una película fina orgánica, uniforme, delgada una vez y sobre la superficie entera del sustrato en contacto con la disolución en un tiempo de contacto de 10 minutos, y preferiblemente en el espacio de 5 minutos.

Más específicamente, el contenido de humedad de la disolución para la formación de una película fina orgánica preferiblemente es 50 ppm o más, y más preferiblemente dentro del intervalo de 50 ppm al contenido de humedad saturado del disolvente orgánico (y más específicamente, dentro del intervalo de 50 a 1000 ppm).

Además, el contenido de humedad indicado aquí se refiere al valor medido usando el método de Karl Fischer por toma de muestra de una porción de la disolución de disolvente orgánico mencionada antes, y no hay limitaciones particulares sobre el instrumento de medición con la condición de que el valor se mida con un instrumento que usa este método y principio. Además, en el caso de que la disolución de disolvente orgánico sea uniforme, la medición se lleva a cabo tomando una muestra de una porción de la disolución uniforme, en el caso de que la disolución tenga dos capas que consisten en una capa de disolvente orgánico y una capa acuosa, la medición se lleva a cabo tomando una muestra de una porción de la capa de disolvente orgánico, y en el caso de la capa acuosa en el disolvente orgánico esté dispersa y no se pueda separar, la medición se lleva a cabo tomando una muestra de la propia dispersión para indicar el valor medido.

Los ejemplos de métodos para ajustar o mantener el contenido de humedad de la disolución para la formación de una película fina orgánica para que esté dentro de un intervalo predeterminado, incluyen: (i) un método en el que se proporciona una capa acuosa en contacto con la disolución para la formación de una película fina orgánica, (ii) un método en el que la disolución para la formación de una película fina orgánica se hace para que esté presente con una sustancia que retiene la humedad a la vez que contiene agua, y (iii) un método en el que el gas que contiene humedad se sopla a la disolución para la formación de una película fina orgánica.

La disolución para la formación de una película fina orgánica descrita en la presente memoria tiene estabilidad en el almacenamiento superior, y es capaz de formar una película fina orgánica satisfactoria incluso después de almacenamiento sellado a temperatura ambiente () durante 40 a 60 días. En concreto, aunque la cantidad residual del tensioactivo metálico contenido en la disolución para la formación de una película fina orgánica disminuye gradualmente a lo largo del tiempo después de su preparación, la cantidad de compuesto que contiene grupo hidroxilo formado permanece prácticamente constante.

Esto significa que la reacción por la que se forma el compuesto que contiene grupo hidroxilo por hidrólisis del tensioactivo metálico es una reacción de equilibrio, y aunque varios compuestos que contienen grupo hidroxilo polimerizan a lo largo del tiempo por deshidratación y condensación, se piensa que los compuestos que contienen grupo hidroxilo se forman por hidrólisis del tensioactivo metálico que corresponde a la cantidad de compuestos que contienen grupo hidroxilo consumidos. Además, puesto que se puede formar una película fina orgánica satisfactoria incluso en el caso de usar una disolución almacenada de la disolución para la formación de una película fina orgánica, no se cree que los polímeros (u oligómeros) de los compuestos que contienen grupo hidroxilo deshidratados y condensados tengan un efecto perjudicial en la formación de una película fina orgánica.

(9) Método de formación de película fina orgánica

Un método de formación de película fina orgánica de la presente invención forma una película fina orgánica sobre la superficie de un sustrato poniendo en contacto la disolución para la formación de una película fina orgánica obtenida de la forma descrita antes con el sustrato.

Preferiblemente se usa un sustrato que tiene hidrógeno activo sobre su superficie para el sustrato, ejemplos específicos de los cuales incluyen sustratos compuestos de metales tales como aluminio, cobre o acero inoxidable, materiales cerámicos, vidrio, plástico, papel, fibras naturales o sintéticas, cuero y otras sustancias hidrófilas.

En el caso de un sustrato compuesto de un material que no tiene un grupo hidroxilo y demás sobre su superficie, la superficie del sustrato se puede tratar previamente en una atmósfera de plasma que contiene oxígeno, o se pueden introducir grupos hidrófilos por tratamiento corona. Aunque los grupos hidroxilo (-OH) son preferidos para los grupos hidrófilos, también puede haber otros grupos funcionales tales como -COOH, -CHO, =NH o -NH₂ que tienen un hidrógeno activo.

Además, en el caso de un sustrato que no tiene hidrógeno activo sobre su superficie, se puede formar una capa de sílice bajo el revestimiento que tiene hidrógeno activo sobre su superficie, sobre la superficie del sustrato poniéndolo en contacto preliminarmente con al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en SiCl₄, SiHCl₃, SiH₂Cl₂, Cl-(SiCl₂O)_c-SiCl₃ (en donde, c representa 0 o un número natural) seguido de una reacción de deshidrocloración.

No hay limitaciones particulares en el método para poner en contacto la disolución para la formación de una película fina orgánica con la superficie de un sustrato, y se pueden usar métodos conocidos. Los ejemplos específicos de dichos métodos incluyen inmersión, revestimiento por centrifugación, revestimiento por rodillos, barra de Meyer, serigrafía, revestimiento por cepillo, usándose preferiblemente la inmersión.

5 No hay limitaciones particulares en la temperatura a la que el líquido se pone en contacto con la superficie del sustrato, con la condición de que esté dentro de un intervalo de temperatura que mantenga la estabilidad de la disolución.

10 El contacto se puede llevar a cabo normalmente dentro de un intervalo de temperatura desde temperatura ambiente a la temperatura de reflujo del disolvente usado para preparar la disolución. La disolución se puede calentar o se puede calentar el propio sustrato para alcanzar una temperatura adecuada para el contacto.

Además, también se pueden usar ondas de ultrasonidos para promover la formación de película. La etapa para poner en contacto con la superficie del sustrato se puede llevar a cabo una vez durante un periodo de tiempo prolongado, o se puede llevar a cabo en varias etapas de revestimiento de duración corta.

15 Después de haber puesto en contacto la disolución con la superficie de sustrato, se puede proporcionar una etapa de lavado para eliminar cualquier exceso de reactivos, impurezas y demás, adheridas a la superficie de la película. El espesor de la película se puede controlar de forma más eficaz proporcionando una etapa de lavado. No hay limitaciones particulares en la etapa de lavado, con la condición de que pueda eliminar sustancias adheridas a la superficie. Los ejemplos específicos de dichos métodos incluyen un método en el que el sustrato se sumerge en una disolución que puede disolver el tensioactivo metálico usado, un método que usa la evaporación dejando reposar el sustrato con vacío o al aire a presión normal, y un método en el que la sustancia adherida al sustrato se separa por soplado mediante soplado de un gas inerte tal como nitrógeno gaseoso seco sobre la superficie del sustrato.

20 Después de haber puesto en contacto la disolución con el sustrato o el sustrato lavado, el sustrato preferiblemente se calienta para estabilizar la película formada sobre la superficie del sustrato. La temperatura de calentamiento se puede seleccionar adecuadamente de acuerdo con la estabilidad del sustrato, o la película fina orgánica formada y demás.

25 Cuando la disolución se aplica como revestimiento sobre el sustrato, el tensioactivo metálico en la disolución es adsorbido en la superficie del sustrato dando como resultado la formación de una película fina. Aunque los detalles del mecanismo por el cual el tensioactivo metálico se adhiere a la superficie del sustrato no están claros, se ha considerado el siguiente tipo de mecanismo en el caso de un sustrato que tiene hidrógeno activo sobre su superficie. En concreto, los grupos hidrolíticos del tensioactivo metálico están en un estado hidrolizado en la disolución para la formación de una película fina orgánica. El tensioactivo metálico reacciona con hidrógeno activo sobre la superficie del sustrato mientras está en este estado, produciendo la formación de una película fina debido a la formación de enlaces químicos fuertes con el sustrato. La película fina resultante se forma por reacción con hidrógeno activo del sustrato, y está en forma de una monocapa.

30 Se puede formar una película fina orgánica, que es repelente al aceite y repelente al agua antes de irradiar con luz, en la superficie del sustrato usando una disolución para la formación de una película fina orgánica obtenida usando el tensioactivo metálico (2) representado por la fórmula (IV) mencionada antes. Más específicamente, se puede formar una película fina orgánica en la que el ángulo de contacto del agua antes de irradiación con luz es preferiblemente 80° o más, más preferiblemente 85° o más, todavía más preferiblemente 90° o más y en particular preferiblemente 100° o más, mientras que el ángulo de contacto del tolueno es 20° o más. Esta película fina orgánica cambia a una película fina hidrófila en la que el ángulo de contacto del agua es menos de 80° por irradiación con luz.

35 En el método de formación de película fina orgánica de la presente invención, una superficie de sustrato se pone en contacto con una disolución de disolvente orgánico como se define en las reivindicaciones. La disolución de disolvente orgánico contiene una cantidad predeterminada de agua y contiene un compuesto que contiene grupo hidroxilo en forma de un producto de hidrólisis del tensioactivo metálico en una cantidad de 20 a 2000 ppm, preferiblemente de 50 a 500 ppm, y en particular preferiblemente de 200 a 400 ppm.

40 El contenido de humedad en la disolución de disolvente orgánico usada en la presente invención se ajusta o se mantiene de 50 a 1000 ppm y se determina de acuerdo con el tipo de sustrato, tensioactivo metálico, catalizador, disolvente orgánico y demás usados. Más específicamente, el contenido de humedad preferiblemente es menor o igual a una cantidad que no cause problemas tales como la inhibición de la adsorción química a la superficie del sustrato, prevención de la producción de una monocapa fina y pérdida de la cantidad de tensioactivo metálico usado, o desactivación del catalizador, mientras que es una cantidad mayor que o igual a la que es suficiente para promover y activar la formación de película.

45 Un contenido de humedad suficiente para promover y activar la formación de una película fina orgánica se refiere a aquella en un grado que sea capaz de formar una película fina orgánica uniforme y delgada una vez y sobre la superficie entera del sustrato en un tiempo de contacto de 10 minutos y preferiblemente en el espacio de 5 minutos, en el caso del contacto del sustrato con la disolución, por ejemplo, por inmersión.

Por lo tanto, el contenido de humedad es de 50 a 500 ppm, y más preferiblemente dentro del intervalo de 50 ppm al contenido de humedad de saturación del disolvente orgánico, y en particular preferiblemente dentro del intervalo de 200 a 800 ppm. Puesto que el contenido de humedad es de 50 a 500 ppm, se puede formar rápidamente una película fina orgánica. Además, puesto que el contenido de humedad es menor de 1000 ppm, el problema de desactivación del tensioactivo metálico y demás, no ocurre.

El contenido de humedad indicado aquí, se refiere al valor medido usando el método de Karl Fischer por toma de muestra de una porción de la disolución de disolvente orgánico, y no hay limitaciones particulares sobre el instrumento de medición con la condición de que el valor se mida con un instrumento que usa este método y principio. En el caso de que la disolución de disolvente orgánico sea uniforme, la medición se lleva a cabo tomando una muestra de una porción de la disolución uniforme, en el caso de que la disolución tenga dos capas que consisten en una capa de disolvente orgánico y una capa acuosa, la medición se lleva a cabo tomando una muestra de una porción de la capa de disolvente orgánico, y en el caso de la capa acuosa en el disolvente orgánico esté dispersa y no se pueda separar, la medición se lleva a cabo tomando una muestra de la propia dispersión para indicar el valor medido.

En la presente invención, la etapa de poner en contacto la disolución de disolvente orgánico con el sustrato se lleva a cabo con el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico dentro del intervalo predeterminado mencionado antes.

Los ejemplos específicos de métodos para hacer que el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico esté dentro de un intervalo predeterminado, incluyen:

(a) un método en el que se proporciona una capa acuosa en contacto con la disolución de disolvente orgánico,

(b) un método en el que además se hace que está presente una sustancia que retiene la humedad en la disolución de disolvente orgánico en el estado en que contiene agua,

(c) un método en el que se sopla un gas que contiene humedad en la disolución de disolvente orgánico, y

(d) un método en el que se añade agua adecuadamente.

Estos métodos se pueden usar solos o se pueden usar en combinación dos o más métodos.

Aunque no hay limitaciones particulares en el agua usada en los métodos (a) a (d) mencionados antes con la condición de que sea neutra, se usa preferiblemente agua pura o agua destilada. Además, el disolvente orgánico usado puede no contener humedad o contener una determinada cantidad de humedad por adelantado.

En el método (a) mencionado antes, en el caso de usar un disolvente orgánico que se separe de la capa acuosa tal como un disolvente hidrocarbonado, se puede hacer que la capa acuosa esté presente en una forma que está separada de la capa de disolvente orgánico, o se puede usar una capa de disolvente orgánico en la que la disolución de disolvente orgánico se ha separado por circulación o paso a través de la capa acuosa.

En el caso de usar un disolvente orgánico que tiene un grado alto de solubilidad en el agua, que no se separa de la capa acuosa tal como un alcohol inferior, se puede usar un método, por ejemplo, en el que la disolución de disolvente orgánico y la capa acuosa se ponen en contacto interponiendo una membrana y demás, que no permite la permeación del disolvente orgánico, pero permite la permeación del agua.

En el método (b) mencionado antes, preferiblemente se usa una sustancia que no produce la separación del agua en la disolución de disolvente orgánico y está suspendida en la disolución de disolvente orgánico, para la sustancia que retiene la humedad.

Los ejemplos específicos de dicha sustancia incluyen materiales orgánicos que retienen la humedad tales como polímeros hidrófilos o celulosa; materiales inorgánicos que retienen la humedad tales como zeolita, arcilla silicato, vermiculita o materiales cerámicos porosos; y, compuestos capaces de formar micelas de moléculas que tienen agua en el centro de una disolución, tales como tensioactivos. En particular, se prefiere particularmente un filtro de fibra de vidrio o filtro de celulosa por razones tales como ser capaz de evitar la contaminación por residuos y demás. Además, otro posible método implica el uso de un disolvente hidrófilo para aumentar la solubilidad del agua en el disolvente orgánico. En este caso, el disolvente hidrófilo también contiene una sustancia capaz de retener la humedad adecuadamente.

Aunque no hay limitaciones particulares en la cantidad de humedad contenida en la sustancia que retiene humedad, se prefiere una cantidad de hasta el estado en el que el agua en la disolución de disolvente orgánico no es liberada como resultado de separarse de la sustancia que retiene humedad. Además, también puede contener una sustancia que es capaz de retener la humedad por la adición adecuada de agua. Además, al proporcionar una sustancia que retiene humedad en la interfase de una disolución y el aire exterior o en una disolución continua con el aire exterior, la disolución se puede recargar con humedad absorbiendo humedad y demás del aire exterior.

En el método (c) mencionado antes, no hay limitaciones particulares sobre el gas usado con la condición de que no afecte a cada componente en la disolución, ejemplos específicos de los cuales incluyen aire, nitrógeno gaseoso y argón gaseoso.

5 Los ejemplos de métodos para obtener un gas que contiene humedad incluyen un método en el que la humedad está contenida en el gas, y un método en el que el gas se humidifica.

Los ejemplos de métodos para que un gas contenga humedad incluyen un método en el que el gas se pone en contacto con agua pasando el gas a través del agua o poniendo en contacto el gas con la superficie del agua o agua caliente, y un método en el que se usa directamente un gas que contiene vapor de agua.

10 Los ejemplos de métodos para humidificar un gas incluyen la humidificación con vapor, humidificación por pulverización de agua y calentamiento de gasificación.

15 Los ejemplos de métodos para poner en contacto un gas que contiene humedad con la disolución de disolvente orgánico incluyen un método en el que se sopla el gas que contiene humedad en la disolución de disolvente orgánico o se sopla sobre la superficie de la disolución de disolvente orgánico, un método en el que la disolución de disolvente orgánico se deja reposar en una atmósfera de gas que contiene humedad mientras se agita según sea necesario, y un método en el que la disolución de disolvente orgánico se deja reposar en una atmósfera humidificada mientras se agita según sea necesario. Además, preferiblemente se proporcionan un aparato de soplado, aparatos de lavado, aparatos de filtración y demás, según sea necesario en métodos que implican el soplado del gas que contiene humedad.

20 En el método (d) mencionado antes, los ejemplos específicos de los métodos de los mismos incluyen un método en el que se mide una disminución en el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico, y se añade adecuadamente agua, disolvente orgánico compatible o agua diluida con el mismo disolvente orgánico, que corresponde a la disminución, y un método en el que se suministra una disolución de disolvente orgánico de la misma composición que contiene una cantidad fija de agua.

25 En el método de formación de película fina orgánica de la presente invención, preferiblemente se pone en contacto repetidamente la misma disolución con dos o más sustratos mientras se mantiene la cantidad de humedad contenida en la disolución de disolvente orgánico dentro de un intervalo predeterminado, y el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico se ajusta o mantiene dentro del intervalo de 50 a 1000 ppm.

30 En la presente memoria, un intervalo predeterminado tiene el mismo significado que el intervalo predeterminado de contenido de humedad previamente descrito, y se refiere al intervalo que permite la formación de una película fina orgánica uniforme y delgada manteniendo el contenido de humedad dentro de ese intervalo incluso si se lleva a cabo repetidamente la etapa de contacto sin sustituir el líquido. De acuerdo con este método, se puede formar una película fina orgánica uniforme y delgada en un tiempo de contacto corto a lo largo de la superficie de contacto entera por un procedimiento en el que dos o más sustratos se ponen en contacto en una sola etapa de contacto usando la misma disolución.

35 En este caso, la misma disolución excluye el caso de descartar toda o una parte de la disolución después de llevar a cabo una sola etapa de contacto y sustituirla por disolución de nueva aportación, y como se describirá más adelante, una disolución en la que su contenido de humedad se mantiene dentro de un intervalo predeterminado por cualquier método, está incluida en el significado de la misma disolución.

40 Aunque no hay limitaciones particulares sobre el método usado para mantener el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico dentro del intervalo predeterminado mencionado antes, un ejemplo preferido es un método similar a los métodos (a) a (d) mencionados antes.

45 Aunque no hay limitaciones particulares sobre el sustrato usado en el método de formación de película fina orgánica de la presente invención, se prefiere un sustrato que tenga grupos funcionales capaces de interactuar con moléculas que forman una película fina orgánica en una disolución de disolvente orgánico sobre su superficie, mientras que es particularmente preferible un sustrato que tiene hidrógeno activo sobre su superficie. El uso de un sustrato que tiene hidrógeno activo sobre su superficie hace posible formar fácilmente una película fina orgánica sobre la superficie del sustrato como resultado de la interacción química entre el hidrógeno activo en la superficie del sustrato y moléculas en la disolución de disolvente orgánico.

50 El hidrógeno activo se refiere a protones que se disocian fácilmente, y los ejemplos de grupos funcionales que contienen hidrógeno activo incluyen grupos hidroxilo, grupos carboxilo, grupos formilo, grupos imino, grupos amino y grupos mercapto, siendo preferidos los grupos hidroxilo.

55 Los ejemplos específicos de sustratos que tienen grupos hidroxilo sobre su superficie incluyen sustratos compuestos de metales tales como aluminio, cobre o acero inoxidable, vidrio, pastilla de silicio, materiales cerámicos, plástico, papel, fibras naturales o sintéticas, piel u otras sustancias hidrófilas. En particular, se prefieren los sustratos compuestos de metal, vidrio, pastilla de silicio, materiales cerámicos o plástico.

Se pueden introducir grupos hidrófilos en sustratos compuestos de materiales que no tienen grupos hidroxilo en su superficie en la forma del plástico o fibras sintéticas, por tratamiento previo de la superficie del sustrato en una atmósfera de plasma que contiene oxígeno (por ejemplo, durante 20 minutos a 100 W), o sometiéndola a tratamiento corona. Puesto que los sustratos compuestos de resina de poliamida, resina de poliuretano y demás, tienen grupos imino en su superficie, el tratamiento de la superficie no es particularmente necesario, puesto que se produce una reacción de eliminación de alcohol entre el hidrógeno activo de los grupos imino y los grupos alcoxisililo del tensioactivo metálico, produciendo la formación de enlaces siloxano (-SiO-).

Además, en el caso de un sustrato que no tiene hidrógeno activo sobre su superficie, se puede formar una capa de sílice bajo el revestimiento que tiene hidrógeno activo sobre su superficie, sobre la superficie del sustrato poniéndolo en contacto preliminarmente con al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en SiCl_4 , SiHCl_3 , SiH_2Cl_2 , $\text{Cl}-(\text{SiCl}_2\text{O})_b-\text{SiCl}_3$ (en donde, b representa un número natural) seguido de una reacción de deshidrocloración.

La etapa de poner en contacto la disolución de disolvente orgánico con el sustrato se puede llevar a cabo una vez a lo largo de un periodo de tiempo prolongado, o se puede llevar a cabo en varias etapas de revestimiento de duración corta. También se pueden usar ondas de ultrasonido para promover la formación de la película.

La etapa para poner en contacto el sustrato con la disolución de disolvente orgánico preferiblemente es una etapa en la que el sustrato se sumerge en la disolución de disolvente orgánico. A continuación, se citan ejemplos específicos de métodos para la inmersión del sustrato mientras se mantiene el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico:

(a) un método en el que se proporcionan un tanque de ajuste de la humedad y un tanque de inmersión del sustrato, y se hace circular líquido para el que el contenido de humedad se ha ajustado en el tanque de ajuste de la humedad, al tanque de inmersión del sustrato;

(b) un método en el que se proporciona una pluralidad de tanques de inmersión, y el contenido de humedad se ajusta en un tanque de inmersión del sustrato durante el tiempo en que un sustrato se sumerge en otro tanque de inmersión del sustrato; y

(c) un método en el que se proporciona un medio para mantener el contenido de humedad previamente descrito dentro de un intervalo predeterminado, directamente en un tanque de inmersión del sustrato, y se repone adecuadamente la humedad.

No hay limitaciones particulares en el método de lavado, con la condición de que pueda eliminar sustancias adheridas a la superficie del sustrato, ejemplos específicos de los cuales incluyen un método en el que el sustrato se sumerge en un disolvente capaz de disolver el tensioactivo metálico, un método que usa la evaporación dejando reposar el sustrato con vacío o al aire a presión normal, y un método en el que la sustancia adherida al sustrato se separa por soplado mediante soplado de un gas inerte tal como nitrógeno gaseoso seco sobre la superficie del sustrato.

En la presente invención, la etapa de poner en contacto el sustrato con la disolución de disolvente orgánico se lleva a cabo preferiblemente en un espacio en el que la humedad se mantiene al 40% de HR o mayor, y más preferiblemente se lleva a cabo en un espacio en el que la humedad se mantiene al 60% de HR o mayor. En dicho espacio, el contenido de humedad de la disolución de disolvente orgánico preferiblemente se mantiene, y se puede formar una monocapa fina con buena reproducibilidad incluso si se ponen en contacto sustratos de forma continua.

El método de formación de película fina orgánica de la presente invención, se puede usar para la producción de monocapas, así como la producción de películas de múltiples capas que tienen dos o más capas, y se pueden usar en particular preferiblemente para producir monocapas. Además, el método de la presente invención también se puede usar como un método para formar una película sobre una superficie por adsorción física.

Aunque no hay limitaciones particulares sobre la película fina orgánica formada de acuerdo con el método de formación de película fina orgánica de la presente invención, se prefiere una película fina orgánica cristalina. El que una película fina orgánica formada de acuerdo con el método de formación de película fina orgánica de la presente invención sea cristalina o no, se puede confirmar midiendo la película usando un aparato de difracción de rayos X de película.

Aunque no hay limitaciones particulares sobre el espesor de una película fina orgánica formada de acuerdo con el método de formación de película fina orgánica de la presente invención, normalmente es de 1 a 5 nm, siendo preferida una monocapa que tiene un espesor de 1,5 a 2,5 nm.

Una película fina orgánica formada de acuerdo con el método de formación de película fina orgánica de la presente invención preferiblemente es una película químicamente adsorbida, y más preferiblemente, el sustrato no es cristalino mientras que la película químicamente adsorbida es cristalina. En este caso, la cristalinidad puede ser en forma de policristales o monocristales. Un ejemplo de película químicamente adsorbida es una película fina orgánica covalentemente unida por enlaces de metal-oxígeno.

Una película fina orgánica formada de acuerdo con el método de formación de película fina orgánica de la presente invención preferiblemente es una monocapa de autoensamblaje. En la presente memoria, una monocapa de autoensamblaje se refiere a una película que forma una estructura ordenada sin estar sujeta a fuerzas coercitivas del exterior. Las moléculas que forman una monocapa de autoensamblaje se obtienen a partir de un tensioactivo metálico usado para preparar una disolución para la formación de una monocapa de autoensamblaje. Las moléculas del tensioactivo metálico están solvatadas y no presentes independientemente en la disolución para la formación de una monocapa de autoensamblaje, con algunas de dichas moléculas agregándose para formar agregados.

En el caso de usar un tensioactivo metálico que tiene al menos un grupo hidrolítico para el tensioactivo metálico, se obtienen agregados tratando el tensioactivo metálico con agua y un catalizador capaz de interactuar con el tensioactivo metálico, mientras que en el caso de usar un tensioactivo metálico que tiene al menos un grupo hidroxilo para el tensioactivo metálico, se obtienen agregados tratando el tensioactivo metálico con agua.

Los ejemplos de formación de agregados incluyen una forma en la que las moléculas se agregan por fuerzas intermoleculares, enlaces de coordinación o enlaces de hidrógeno entre partes hidrófobas o partes hidrófilas, una forma en la que las moléculas que forman película están unidas por enlaces covalentes, una forma en la que se han formado micelas y demás por otro medio, tal como agua, que sirve como núcleo o mediador, o combinaciones de los mismos.

No hay limitaciones particulares en la forma de los agregados y pueden ser esféricos, de tipo cadena, de tipo banda, y demás. Aunque no hay limitaciones particulares en el diámetro medio de partículas de los agregados, preferiblemente están dentro del intervalo de 10 a 1000 nm.

Además, el valor del potencial zeta (potencial electrocinético de interfase) de los agregados preferiblemente es mayor que el potencial zeta del sustrato en la misma disolución, y es particularmente preferido que el potencial zeta de los agregados sea positivo mientras que el potencial zeta del sustrato es negativo. El uso de una disolución para formar una monocapa de autoensamblaje que forma agregados que tiene este tipo de potencial zeta hace posible producir una monocapa fina que tiene cristalinidad.

Como se ha descrito previamente, el uso del método de la presente invención permite obtener rápidamente una película fina orgánica, delgada, que tiene pocas impurezas, independientemente del tipo de sustrato, comparado con cuando se usa un tensioactivo metálico convencional. Este tipo de película fina orgánica se usa para formar patrones de diseño para dispositivos eléctricos y demás, y se puede aplicar de forma extremadamente fácil a equipamiento que requiere revestimientos de película ultrafinos con resistencia al calor, resistencia a la intemperie y resistencia al desgaste tales como productos electrónicos, y en especial, productos eléctricos, automóviles, equipamiento industrial, espejos y lentes de gafas.

Aunque a continuación se proporciona una explicación más detallada de la presente invención mediante ejemplos de la misma, la presente invención no está limitada por los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1 - Preparación del agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica (1)

Se disolvieron 12,4 g de tetraisopropóxido de titanio (nombre comercial "A-1" fabricado por Nippon Soda Co., Ltd: 99% de pureza, 28,2% de concentración como óxido de titanio) en 45,0 g de tolueno en un matraz de cuatro bocas, y después de sustituir el interior del matraz por nitrógeno gaseoso, la disolución se enfrió a -40°C en alcohol desnaturalizado/hielo seco. Por separado de este procedimiento, después de mezclar 1,26 g de agua de intercambio iónico (relación molar de H₂O/Ti = 1,6) con 11,3 g de isopropanol, la mezcla se añadió gota a gota al matraz de cuatro bocas mientras se enfriaba a -40°C y con agitación. Durante la adición gota a gota, la temperatura del líquido dentro del matraz se mantuvo a -40°C. Tras completarse la adición gota a gota, la disolución se agitó durante 30 minutos mientras se enfriaba seguido de calentamiento a temperatura ambiente para obtener una disolución parcialmente hidrolizada transparente, incolora (T-1). La concentración de sólido de la disolución era 5% en peso como óxido de titanio.

Se añadió una cantidad de n-octadeciltrimetoxisilano (ODS fabricado por Gelest, Inc.) equivalente a una relación de TiO₂:ODS de 1:1 (relación molar) a 20 g de esta disolución (T-1), y después se diluyó con una cantidad de tolueno equivalente a 1% en peso como TiO₂. Después, se añadieron 5 g de agua destilada seguido de agitación durante 3 días a 40°C y enfriamiento a temperatura ambiente. El exceso de agua que se había separado en dos fases se separó para obtener una disolución transparente de un agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica (C-1). Además, no se detectó Ti o ODS de la capa acuosa separada.

Ejemplo 2 - Preparación del agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica (2)

Se obtuvo una disolución transparente de un agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica (C-2) de la misma forma que en el ejemplo 1, excepto que se usó deciltrimetoxisilano (DES fabricado por Azmax.co) en lugar de n-octadeciltrimetoxisilano.

Ejemplos 3-5: Preparación de la disolución para la formación de una película fina orgánica

Se usaron los siguientes tensioactivos metálicos M-1 a M-4 para el tensioactivo metálico (2).

M-1: n-octadeciltrimetoxisilano (ODS fabricado por Gelest, Inc.)

M-2: deciltrimetoxisilano (DES fabricado por Azmax.co)

M-3: Heptadecatrifluorodeciltrimetoxisilano (FAS-17 fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

5 M-4: Trifluoropropiltrimetoxisilano (FAS-3 fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)

10 Se añadió materia prima M-1 de la disolución para la formación de una película fina orgánica equivalente a una concentración final de 0,5% en peso, a tolueno que tenía un contenido de humedad de 450 ppm, seguido de agitación durante 30 minutos a temperatura ambiente. Después, se añadió gota a gota una disolución de un agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica (C-1) equivalente a 1/10 veces en moles (como TiO₂) de la materia prima M-1 de la disolución para la formación de una película fina orgánica, y se agitó durante 3 horas a temperatura ambiente tras completarse la adición gota a gota. Se añadió agua a esta disolución de modo que el contenido de humedad era 500 ppm para obtener una disolución para la formación de una película fina orgánica (SA-1) (**Ejemplo 3**).

15 Además, se obtuvo una disolución para la formación de una película fina orgánica (SA-2) de la misma forma con la excepción del uso de la disolución (C-2) de un agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica en lugar de la disolución (C-1) (**Ejemplo 4**).

Además, se obtuvo una disolución para la formación de una película fina orgánica (SA-3) de la misma forma con la excepción del uso de la materia prima (M-2) de una disolución para la formación de una película fina orgánica en lugar de la materia prima (M-1) (**Ejemplo 5**).

20 **Ejemplo 6** - Preparación de disolución para la formación de una película fina orgánica

25 Se preparó un disolvente mezclado por adición de un peso igual de disolvente de flúor en forma de Novec HFE-7200 (fabricado por Sumitomo 3M Limited) a tolueno que tenía un contenido de humedad de 500 ppm. Después, se añadió materia prima M-3 de una disolución para la formación de una película fina orgánica equivalente a una concentración final de 0,5% en peso a esta disolución, seguido de agitación durante 30 minutos a temperatura ambiente. Además, se añadió gota a gota una disolución (C-1) de un agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica equivalente a 1/10 veces en moles (como TiO₂) de materia prima M-3 de una disolución para la formación de una película fina orgánica, seguido de la agitación durante 3 horas a temperatura ambiente tras completarse la adición gota a gota. Después se añadió agua de modo que el contenido de humedad de esta disolución era 300 ppm para obtener una disolución (SA-4) para la formación de una película fina orgánica (Ejemplo 6).

Ejemplo 7 - Preparación de disolución para la formación de una película fina orgánica

35 Se preparó un disolvente mezclado por adición de un disolvente de flúor en forma de Novec HFE-7200 (fabricado por Sumitomo 3M Limited) en una relación en peso de 1/3 a tolueno que tenía un contenido de humedad de 500 ppm. Después, se añadió materia prima M-4 de una disolución para la formación de una película fina orgánica equivalente a una concentración final de 0,5% en peso a esta disolución, seguido de agitación durante 30 minutos a temperatura ambiente. Además, se añadió gota a gota una disolución (C-1) de un agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica equivalente a 1/10 veces en moles (como TiO₂) de materia prima M-3 de una disolución para la formación de una película fina orgánica, seguido de la agitación durante 3 horas a temperatura ambiente tras completarse la adición gota a gota. Después se añadió agua de modo que el contenido de humedad de esta disolución era 350 ppm para obtener una disolución (SA-5) para la formación de una película fina orgánica (Ejemplo 7).

Ejemplos 8-22

45 Después de sumergir sustrato de vidrio sódico-cálcico (SLG), sustrato de vidrio no alcalino (AN100 fabricado por Asahi Glass Co., Ltd.) y pastilla de silicio (Si), lavados con ondas de ultrasonidos y ozono, en disoluciones para la formación de una película fina orgánica (SA-1 a SA-5) durante una cantidad de tiempo predeterminada, los sustratos se sacaron y se sometieron a lavado con ultrasonidos durante 10 segundos en tolueno seguido de secado durante 10 minutos a 60°C para obtener películas finas orgánicas (Ejemplos 8 a 22).

Ejemplos comparativos 1-6

50 Las disoluciones (H-1 a H-4) se prepararon por separado de la misma forma que la preparación de las disoluciones mencionadas antes para formar una película fina orgánica (SA-2 a SA-5) con la excepción de que no se añade una ayuda para la formación de una película fina orgánica. Las películas finas orgánicas se obtuvieron entonces usando las disoluciones resultantes (H-1 a H-4) en las mismas condiciones que en los ejemplos usando sustratos SLG (ejemplos comparativos 1 a 4).

Además, se obtuvieron películas finas orgánicas usando las disoluciones (C-1) y (C-2) de un agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica en las mismas condiciones que los ejemplos usando sustratos SLG (ejemplos comparativos 5 y 6).

Ejemplos comparativos 7, 8

- 5 Se añadió materia prima M-2 de película fina orgánica a tolueno que tenía un contenido de humedad de 450 ppm hasta una concentración final de 0,5% en peso seguido de agitación durante 30 minutos a temperatura ambiente. Después, se añadió gota a gota un catalizador (T-1: disolución parcialmente hidrolizada de tetraisopropóxido de titanio) equivalente a 1/10 veces en moles (como TiO_2) la materia prima de película fina orgánica, en esta disolución seguido de agitación durante 3 horas a temperatura ambiente seguido de terminación de la adición gota a gota.
- 10 Después se añadió agua de modo que el contenido de humedad de esta disolución era 500 ppm para obtener una disolución para la formación de una película fina orgánica (H-5). Después se formaron películas usando esta disolución en las mismas condiciones que los ejemplos (ejemplos comparativos 7 y 8).

Evaluación y ensayo de las propiedades físicas de la película fina

Las películas finas orgánicas se evaluaron usando los métodos descritos a continuación.

- 15 (1) Medición del ángulo de contacto

Después de añadir gota a gota 5 μ l de agua y tolueno sobre la superficie de cada muestra desde una microjeringa, se midió el ángulo de contacto 60 segundos más tarde usando un instrumento de medición de ángulo de contacto (Modelo 360S fabricado por Erma Inc.).

(2) Evaluación de la adherencia de la película

- 20 Después de llevar a cabo el lavado por ultrasonidos de las películas resultantes en agua durante 1 hora, se volvió a medir el ángulo de contacto y se comparó con el valor obtenido antes de lavado con ultrasonidos. Aquellas películas que presentaban valores similares sin cambio se evaluaron con un O, mientras que aquellas para las que se observó una disminución en el ángulo de contacto se evaluaron con una X.

(3) Evaluación del aspecto de la película

- 25 Aquellas películas en las que no había cambios en el aspecto antes y después de inmersión, determinado por observación visual, se evaluaron con un O, mientras que aquellas en las se observó suciedad o anomalías ópticas se evaluaron con una X.

(4) Análisis de XPS

- 30 Se usó un analizador de XPS (Quantum 2000 fabricado por Ulvac-Phi, Inc.) para analizar los elementos en las películas.

- 35 En el caso de obtener datos sobre elementos procedentes del sustrato, el espesor de la película se consideró que era 10 nm o menos, basándose en el principio de medición del analizador, y se evaluó con un O. Las películas se evaluaron con un O, si se obtienen datos de análisis elemental de sodio y potasio en el caso de usar sustrato SLG, datos de análisis elemental de bario en el caso de AN100, y datos de revestimiento de óxido SiO_2 en el caso de una pastilla de Si.

En todos los casos, las películas se evaluaron con una X para espesores de película de 10 nm o más.

Las disoluciones para formar una película fina orgánica, el tipo de sustrato y los resultados de evaluar y ensayar las propiedades físicas de las películas finas para los ejemplos 8 a 22 y ejemplos comparativos 1 a 8 se resumen en la tabla 1.

- 40

Tabla 1

	Tipo de sustrato	Disolución de formación de película fina orgánica				Película fina orgánica		Ángulo de contacto de la película (°)		XPS
		Disolución	Tensioactivo metálico (2)	Agente auxiliar y para formación de película fina orgánica	Tiempo de inmersión (min)	Aspecto	Adherencia	Agua	Tolueno	
Ej. 8	SLG	SA-1	M-1	C-1	1	o	o	108	33	o
Ej. 9	SLG	SA-1	M-1	C-1	2	o	o	105	32	o
Ej. 10	AN100	SA-1	M-1	C-1	2	o	o	104	31	o
Ej. 11	pastilla de Si	SA-1	M-1	C-1	3	o	o	105	30	o
Ej. 12	SLG	SA-2	M-1	C-2	3	o	o	105	30	o
Ej. 13	pastilla de Si	SA-2	M-1	C-2	3	o	o	102	29	o
Ej. 14	SLG	SA-3	M-2	C-1	3	o	o	100	23	o
Ej. 15	AN100	SA-3	M-2	C-1	5	o	o	98	22	o
Ej. 16	pastilla de Si	SA-3	M-2	C-1	10	o	o	98	21	o
Ej. 17	SLG	SA-4	M-3	C-1	5	o	o	110	63	o
Ej. 18	AN100	SA-4	M-3	C-1	10	o	o	107	60	o
Ej. 19	pastilla de Si	SA-4	M-3	C-1	10	o	o	105	61	o
Ej. 20	SLG	SA-5	M-4	C-1	5	o	o	88	40	o
Ej. 21	AN100	SA-5	M-4	C-1	10	o	o	85	38	o
Ej. 22	pastilla de Si	SA-5	M-4	C-1	10	o	o	85	37	o
Ej. comp. 1	SLG	H-1	M-1	Ninguno	10	o	x	78	5	o
Ej. comp. 2	SLG	H-2	M-2	Ninguno	10	o	x	65	4	o
Ej. comp. 3	SLG	H-3	M-3	Ninguno	10	x, suciedad	x	85	15	o
Ej. comp. 4	SLG	H-4	M-4	Ninguno	10	x, suciedad	x	65	13	o
Ej. comp. 5	SLG	C-1	Ninguno	Ninguno	10	x, suciedad	x	65	4	o

Ej. comp. 6	SLG	C-2	Ninguno	Ninguno	10	x, suciedad	x	58	3	o
Ej. comp. 7	AN100	H-5	M-2	T-1	10	o	x	82	12	o
Ej. comp. 8	pastilla de Si	H-5	M-2	T-1	10	o	x	79	18	o

De acuerdo con la tabla 1, las disoluciones para la formación de una película fina orgánica de la presente invención dieron monocapas de autoensamblaje que tienen aspecto, adherencia, repelencia al agua y repelencia al aceite satisfactorios dentro de un tiempo de inmersión de 10 minutos. Estas disoluciones para la formación de una película fina orgánica permitían la formación de películas finas orgánicas sobre varios sustratos ejemplos 8 a 22).

Sin embargo, las disoluciones a las que no se añadió un agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica o consistían solo en un agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica, no produjeron la formación de películas sobre los sustratos (ejemplos comparativos 1 a 6).

Además, los ángulos de contacto adecuados no se podían obtener en el caso de usar solo un producto de hidrólisis parcial del tetraisopropóxido de titanio (T-1) para el agente auxiliar para la formación de una película fina orgánica (ejemplos comparativos 7 y 8).

Síntesis de silanol de referencia

Se diluyeron 10 g (26,7 mmol) de n-octadeciltrimetoxisilano (abreviado como "ODS") (fabricado por Gelest, Inc.) con 100 g de THF seguido de la adición de 0,5 g (2,67 mmol) de disolución acuosa de ácido clorhídrico 0,05 N a -10°C agitando durante 3 horas y dejando que la temperatura subiera espontáneamente a temperatura ambiente. La disolución resultante se usó como referencia (1).

Identificación del compuesto

Se separó el monosilanol de ODS y se purificó por HPLC y se identificó por RMN ¹H (ECP500 fabricado por JEOL Ltd.) y análisis de masas (Navigator fabricado por Nippon Thermo Co., Ltd.). Los respectivos datos espectrales se muestran en la tabla 2.

Tabla 2. Datos de RMN ¹H y análisis de masas

Compuesto	RMN ¹ H (C ₅ D ₆ , δ ppm)	Masa (M ⁺)
n-octadeciltrimetoxisilano C ₁₈ H ₃₇ Si(OCH ₃) ₃	0,75 (t, 2H), 0,93 (t, 3H), 1,2-1,6 (m, 32H), 3,46 (s, 6H)	359, 375
n-octadecildimetoxisilanol C ₁₈ H ₃₇ Si(OCH ₃) ₂ (OH)	0,75 (t, 2H), 0,92 (t, 3H), 1,2-1,6 (m, 32H), 3,48 (s, 6H)	359

Además, en la figura 1 se muestra en diagrama de HPLC. En la figura 1, el tiempo de retención (minutos) se representa en el eje horizontal mientras que la intensidad del pico (intensidad) se representa en el eje vertical. Basándose en la figura 1, en el caso de llevar a cabo la hidrólisis del ODS usando ácido clorhídrico, se detectaron todos los productos de hidrólisis de ODS n-octadecildimetoxisilanol (n-C₁₈H₃₇)Si(OCH₃)₂(OH), n-octadecilmtoxidisilanol (n-C₁₈H₃₇)Si(OCH₃)(OH)₂, y n-octadeciltrisilanol (n-C₁₈H₃₇)Si(OH)₃.

Preparación de catalizador - 1

Se disolvió 1,0 g (3,54 mmol) de tetraisopropóxido de titanio (A-1 fabricado por Nippon Soda Co., Ltd., 99,9% de pureza, 28% en peso de concentración como óxido de titanio) en 27,0 g de tolueno deshidratado para preparar el catalizador N-1.

Preparación de catalizador - 2

Se diluyeron 24,2 g (61,4 mmol) de ODS (fabricado por Gelest, Inc., 95% de pureza) con 84,6 g de tolueno deshidratado seguido de disolución por adición de 6,9 g (24,3 mmol) de tetraisopropóxido de titanio (A-1 fabricado por Nippon Soda Co., Ltd.: 99,9% de pureza, 28% en peso de concentración como óxido de titanio), adición de 1,7 g

de agua de intercambio iónico y agitación durante 10 horas para preparar el catalizador N-2.

Preparación de catalizador - 3

5 Se diluyeron 24,2 g (61,4 mmol) de ODS (fabricado por Gelest, Inc.) con 84,6 g de tolueno deshidratado seguido de disolución por adición de 10 g (24,3 mmol) de tetrabutóxido de circonio (TBZR fabricado por Nippon Soda Co., Ltd., 99,9% de pureza, 31% en peso de concentración como óxido de circonio), adición de 1,7 g de agua de intercambio iónico y agitación durante 10 horas para preparar el catalizador N-3.

Ejemplo 23 - Producción de disolución para la formación de una película fina orgánica (SB-1) (no reivindicada)

10 Se preparó tolueno que contenía agua (contenido de humedad: 550 ppm, se aplica de forma similar en lo sucesivo) por adición de agua de intercambio iónico a tolueno deshidratado y agitación enérgica. Se añadieron 2,6 g (6,6 mmol) de ODS (fabricado por Gelest, Inc., 95% de pureza) a 392 g de este tolueno que contenía agua, seguido de agitación durante 30 min a temperatura ambiente. Después se añadieron gota a gota 5,5 g de catalizador N-1 en esta disolución y se agitó durante 3 horas a temperatura ambiente seguido de terminación de la adición gota a gota para obtener la disolución para la formación de una película fina orgánica SB-1.

15 La disolución para la formación de una película fina orgánica SB-1 se analizó por HPLC. El diagrama de HPLC se muestra en la figura 2.

En la figura 2, el tiempo de retención (minutos) se representa en el eje horizontal mientras que la intensidad del pico (intensidad) se representa en el eje vertical. Como puede verse de la figura 2, en el caso de llevar a cabo la hidrólisis del ODS usando el catalizador N-1, solo se detectó el n-octadecildimetoxisilanol ($n\text{-C}_{18}\text{H}_{37}\text{Si}(\text{OCH}_3)_2(\text{OH})$), como un producto de hidrólisis parcial del ODS.

20 Ejemplo 24 - Producción de una disolución para la formación de una película fina orgánica (SB-2) (no reivindicada)

25 Se preparó tolueno que contenía agua por adición de agua de intercambio iónico a tolueno deshidratado y agitación enérgica. Se añadieron 2,6 g (6,6 mmol) de ODS (fabricado por Gelest, Inc., 95% de pureza) a 393 g de este tolueno que contenía agua, seguido de agitación durante 30 min a temperatura ambiente. Después se añadieron gota a gota 4,1 g de catalizador N-2 en esta disolución y se agitó durante 3 horas a temperatura ambiente seguido de terminación de la adición gota a gota para obtener la disolución para la formación de una película fina orgánica SB-2.

Ejemplo 25 - Producción de una disolución para la formación de una película fina orgánica (SB-3) (no reivindicada)

30 Se preparó tolueno que contenía agua por adición de agua de intercambio iónico a tolueno deshidratado y agitación enérgica. Se añadieron 2,6 g (6,6 mmol) de n-octadeciltrimetoxisilano ODS (fabricado por Gelest, Inc., 95% de pureza) a 393 g de este tolueno que contenía agua, seguido de agitación durante 30 min a temperatura ambiente. Después se añadieron gota a gota 4,1 g de catalizador N-3 en esta disolución y se agitó durante 3 horas a temperatura ambiente seguido de terminación de la adición gota a gota para obtener la disolución para la formación de una película fina orgánica SB-3.

Ejemplo comparativo 9 - Producción de la disolución para la formación de una película fina orgánica (SB-4)

35 La disolución del ejemplo comparativo 9 (SB-4) se obtuvo de la misma forma que la disolución para la formación de una película fina orgánica (SA-1) con la excepción de que no se añade un catalizador.

Ejemplo comparativo 10 - Producción de la disolución para la formación de una película fina orgánica (SB-5)

La disolución para la formación de una película fina orgánica del ejemplo comparativo 10 (SB-5) se obtuvo por almacenamiento de la disolución para la formación de una película fina orgánica (SB-2) durante 2 meses, hasta que la cantidad de silanol había disminuido por debajo del límite de detección (menos de 20 ppm).

40 Medición de propiedades de las disoluciones para la formación de una película fina orgánica

Los contenidos de humedad, cantidades de ODS y cantidades de monosilanol de las disoluciones para la formación de una película fina orgánica obtenidas como se ha descrito antes (SB-1 a SB-5) se midieron de acuerdo con los métodos descritos a continuación. Los resultados para la medición de las cantidades de monosilanol se resumen en la tabla 3.

45 (1) Medición del contenido de humedad

El contenido de humedad se midió usando un medidor de humedad de Karl Fischer usando valoración coulométrica (CA-07 fabricado por Dia Instruments Co., Ltd.) Los contenidos de humedad de las disoluciones para la formación de una película fina orgánica de los ejemplos 23 a 25 y ejemplos comparativos 9 y 10 se ajustaron todos para estar dentro del intervalo de 400 a 500 ppm.

50 (2) Medición de las cantidades de ODS y monosilanol

Las cantidades de ODS y monosilanol se midieron por cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC: LC8020 fabricado por Tosoh Corporation).

Columna: Mightysil RP-18 (C18 marcador)

Fase móvil: Acetonitrilo/THF = 85:15, caudal: 1 ml/min, baño de temperatura constante: 35°C

5 La cantidad de monosilanol (%) se determinó usando la fórmula: cantidad de monosilanol (relación de superficie específica) / cantidad de ODS inyectado (relación de superficie específica) x 100.

Ejemplos 26-31 (no todos reivindicados), ejemplos comparativos 11, 12 - Formación de películas finas orgánicas

10 Sustratos de vidrio sódico-cálcico (SLG), sustratos de vidrio no alcalino (AN100 fabricado por Asahi Glass Co., Ltd., ejemplos), pastilla de silicio (Si), y sustratos de acero inoxidable (SUS316, SUS304) lavados por lavado por ultrasonidos y ozono se sumergieron en las disoluciones para la formación de una película fina orgánica obtenida como se ha descrito antes (SB-1 a SB-5) durante las cantidades de tiempo predeterminadas mostradas en la tabla 3, seguidamente se sacaron los sustratos, se lavaron con ultrasonidos con tolueno y se secaron durante 10 minutos a 60°C para formar películas finas orgánicas.

Evaluación de las películas finas orgánicas

15 Se midieron los ángulos de contacto, espesores de las películas y cristalinidad de cada una de las películas finas orgánicas obtenidas en los ejemplos 26 a 31 y ejemplos comparativos 11 y 12, usando los métodos descritos a continuación.

(1) Medición del ángulo de contacto

20 Después de añadir gota a gota 5 µl de agua, tolueno o tetradecano (TD) sobre la superficie de cada muestra desde una microjeringa de la misma forma que se ha descrito previamente, se midió el ángulo de contacto 60 segundos más tarde usando un instrumento de medición de ángulo de contacto (Modelo 360S fabricado por Erma Inc.).

(2) Medición del espesor de película

25 Los espesores de película de las películas finas orgánicas resultantes se midieron con un elipsómetro con multiángulo de incidencia (fabricado por Woollam Co., Ltd.). El espesor de película era de 2 a 2,5 nm para cada una de las películas finas orgánicas de los ejemplos 26 a 31, lo que sugería que eran monocapas. Por otra parte, el espesor de película de las películas finas orgánicas formadas en los ejemplos comparativos 11 y 12 presentaban variación considerable, y no se formaron monocapas de espesor uniforme.

(3) Evaluación de la cristalinidad de la película fina orgánica

30 La cristalinidad de las películas finas orgánicas obtenidas en los ejemplos 26, 28 y 29 se midieron con un analizador de difracción de rayos X de película fina (ATX-G fabricado por Rigaku Corporation). Los resultados de las mediciones se muestran en la figura 3. En la figura 3, se representa $2\theta/\omega$ (°) en el eje horizontal, mientras que se representa la intensidad del pico (intensidad (CPS)) en el eje vertical para cada ejemplo. A representa los resultados para el ejemplo 26, B para el ejemplo 28, y C para el ejemplo 29. Basándose en la figura 3, se determinó que cada una de las películas finas orgánicas de los ejemplos 26, 28 y 29 tenían una cristalinidad en forma de una distancia de planos reticulares de $0,42 \pm 0,02$ nm.

35

Tabla 3

	Disolución para la formación de película fina orgánica	Catalizador	Cantidad de monosilanol (ppm)	Sustrato	Tiempo de inmersión del sustrato (min)	Ángulo de contacto (°)	
						Agua	TD
Ej. 26	SB-1	N-1	260	SLG	1	105,5	36,2
Ej. 27	SB-1	N-1	260	SLG	10	107,0	38,2
Ej. 28	SB-1	N-1	260	AN100	3	103,9	35,8
Ej. 29	SB-1	N-1	260	Si	3	108,3	35,2
Ej. 30	SB-2	N-2	450	Si	3	107,3	34,7
Ej. 31	SB-3	N-3	450	Si	3	105,7	32,2

Ej. comp. 11	SB-4	--	0	SLG	5	56,6	3,0
Ej. comp. 12	SB-5	--	<20	Si	5	74,4	13,3

Ensayo de estabilidad en el almacenamiento

La disolución para la formación de una película fina orgánica en el ejemplo 23 se selló y se dejó reposar a temperatura ambiente durante 30 días. La cantidad residual de ODS y la cantidad de monosilanol formados se midieron cada 5 días. Estos resultados se muestran en la figura 4 y figura 5 (indicado con puntos negros (●) en las figuras 4 y 5). La figura 4 muestra los resultados de mediciones para la cantidad residual de ODS, mientras que la figura 5 muestra los resultados de mediciones para la cantidad de monosilanol formado.

Además, una disolución que consistía en ODS disuelto en tolueno se selló y almacenó durante 30 días con fines comparativos, seguido de medición similar de la cantidad residual de ODS y la cantidad de monosilanol formado cada 5 días. Los resultados de las mediciones se muestran en la figura 4 y figura 5 (indicado con triángulos negros en las figuras 4 y 5).

Basándose en las figuras 4 y 5, aunque la cantidad de ODS residual disminuía con el tiempo cuando el contenido de humedad de la disolución para la formación de una película fina orgánica se mantenía de 400 a 500 ppm, se determinó que la cantidad de monosilanol formado permanecía prácticamente constante. Además, cuando la cantidad residual de ODS disminuía a 20% o menos, se determinó que la cantidad de monosilanol formado tendía a disminuir.

Se formaron películas finas orgánicas sobre un sustrato de SLG de la misma forma que en el ejemplo 4 usando la disolución para la formación de una película fina orgánica del ejemplo 23 usada en el ensayo de estabilidad en el almacenamiento mencionado antes, después de almacenamiento durante 10 días, 20 días y 30 días. Los ángulos de contacto (°) de las películas finas orgánicas resultantes se midieron para agua y TD, respectivamente. Los resultados de las mediciones se muestran en la figura 6. Además, las disoluciones almacenadas que consistían en ODS disuelto en tolueno se midieron de forma similar para fines de comparación.

En la figura 6, los puntos negros (●) indican el ángulo de contacto (°) con respecto al agua de la película fina orgánica formada a partir de la disolución almacenada para la formación de una película fina orgánica del ejemplo 23, los puntos blancos (O) indican el ángulo de contacto con respecto al TD de la película fina orgánica formada a partir de la disolución almacenada para la formación de una película fina orgánica del ejemplo 23, los triángulos negros indican el ángulo de contacto (°) con respecto al agua de la película fina orgánica formada a partir de la disolución de ODS en tolueno almacenada del ejemplo comparativo, y los triángulos blancos (Δ) indican el ángulo de contacto (°) con respecto al TD de la película fina orgánica formada a partir de la disolución de ODS en tolueno almacenada del ejemplo comparativo.

Basándose en la figura 6, los ángulos de contacto con respecto al agua y TD de las películas finas orgánicas formadas a partir de la disolución almacenada para la formación de una película fina orgánica del ejemplo 23 apenas demostraron ningún cambio de los ángulos de contacto con respecto al agua y TD de las películas finas orgánicas formadas en el ejemplo 26.

Los siguientes hallazgos se determinaron a partir de los resultados mencionados antes.

(1) Aunque la cantidad residual de ODS disminuye con el tiempo para la disolución para la formación de una película fina orgánica del ejemplo 23, la cantidad de monosilanol formado es prácticamente constante.

(2) Basándose en este hallazgo, la reacción por la cual se forma el monosilanol por hidrólisis del ODS es una reacción de equilibrio, y aunque varias moléculas de monosilanol polimerizan con el tiempo debido a la deshidratación y condensación, se cree que una cantidad de monosilanol se forma por hidrólisis del ODS, que corresponde a la cantidad de monosilanol consumido.

(3) Aunque se forma una película fina orgánica satisfactoria similar al caso del ejemplo 26, incluso cuando se usa una disolución almacenada de la disolución para la formación de una película fina orgánica del ejemplo 23, se cree que los polímeros (u oligómeros) que resultan de la deshidratación y condensación de moléculas de monosilanol no tienen un efecto perjudicial en la formación de la película fina orgánica.

Aplicabilidad industrial

Se puede formar una monocapa fina con pocas impurezas rápidamente, usando el método de formación de película fina orgánica de la presente invención. Además, se puede formar una película químicamente adsorbida uniforme, unimolecular que tiene una alta cristalinidad incluso sobre un sustrato no cristalino, usando un sustrato que contiene hidrógeno activo.

5 Una película fina orgánica obtenida de acuerdo con el método de formación de película fina orgánica de la presente invención es una película químicamente adsorbida usada para formar un patrón de diseño de dispositivos eléctricos y demás, y se puede aplicar preferiblemente a equipamiento que requiere revestimientos de película ultrafinos resistentes al calor, resistentes a la intemperie y resistentes al desgaste tales como los productos eléctricos, automóviles, equipamiento industrial, espejos y lentes de gafas.

10 En el caso de formación de una película químicamente adsorbida con el método de formación de película fina orgánica de la presente invención, preferiblemente la película químicamente adsorbida resultante es para la formación de un patrón de diseño de dispositivos eléctricos y demás. Además, puesto que la película químicamente adsorbida resultante también se puede aplicar de forma extremadamente fácil a equipamiento que requiere revestimientos de película ultrafinos resistentes al calor, resistentes a la intemperie y resistentes al desgaste tales como productos electrónicos, y en especial dispositivos eléctricos, automóviles, equipamiento industrial, espejos y lentes de gafas, el valor de uso industrial es alto.

REIVINDICACIONES

1. Un método de formación de película fina orgánica para formar una película fina orgánica sobre una superficie de sustrato, que comprende:

5 obtener un agente auxiliar mezclando un tensioactivo metálico (1) que tiene al menos un grupo hidrolítico con un compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1),

obtener una disolución para la formación de la película fina orgánica mediante el agente auxiliar y un tensioactivo metálico (2) que tiene al menos un grupo hidrolítico, en un disolvente orgánico, y

poner en contacto el sustrato con la disolución para la formación de la película fina orgánica; en donde,

10 se usa la disolución para la formación de la película fina orgánica en la que el contenido de humedad se ha ajustado o mantenido de 50 a 1000 ppm,

el tensioactivo metálico (1) es un compuesto representado por la fórmula (I):



15 (en donde, R^1 representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido que tiene de 10 a 30 átomos de carbono, un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido que tiene de 10 a 30 átomos de carbono, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector,

M representa un átomo de silicio,

X representa un grupo hidroxilo o un grupo hidrolítico,

m representa la valencia de M,

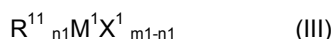
20 n representa 1, y

X pueden ser iguales o diferentes cuando (m-n) es 2 o más),

el compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1) es al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en un óxido metálico, un alcóxido metálico, un producto de hidrólisis parcial de un alcóxido metálico, un catalizador de condensación de silanol y un catalizador ácido,

25 el metal del alcóxido metálico o el producto de hidrólisis parcial del alcóxido metálico es al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en titanio, zirconio, aluminio, silicio, germanio, indio, estaño, tántalo, zinc, tungsteno y plomo, y

el tensioactivo metálico (2) es un compuesto representado por la fórmula (III):



30 (en donde, R^{11} representa un grupo hidrocarbonado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado halogenado opcionalmente sustituido, un grupo hidrocarbonado que contiene un grupo conector, o un grupo hidrocarbonado halogenado que contiene un grupo conector,

M^1 representa un átomo de silicio,

X^1 representa un grupo hidroxilo o un grupo hidrolítico,

35 m^1 representa la valencia de M,

n^1 representa 1, y

X^1 pueden ser iguales o diferentes cuando (m^1-n^1) es 2 o más).

2. El método de formación de película fina orgánica según la reivindicación 1, en donde el agente auxiliar para la formación de la película fina orgánica se obtiene mezclando el tensioactivo metálico (1), el compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1) y agua en el disolvente orgánico.

3. El método de formación de película fina orgánica según la reivindicación 1, en donde el agente auxiliar para la formación de la película fina orgánica contiene de 0,5 a 8,0 moles del tensioactivo metálico (1) por 1 mol del compuesto capaz de interactuar con el tensioactivo metálico (1).

4. El método de formación de película fina orgánica según la reivindicación 1, en donde el agente auxiliar para la formación de la película fina orgánica contiene de 1,5 a 3,0 moles del tensioactivo metálico (1) por 1 mol del

compuesto capaz de interaccionar con el tensioactivo metálico (1).

5. El método de formación de película fina orgánica según la reivindicación 1, en donde el grupo hidrolítico es un grupo alcoxi o un grupo aciloxi que tiene de 1 a 4 átomos de carbono.

5 6. El método de formación de película fina orgánica según la reivindicación 1, en donde el agente auxiliar para la formación de la película fina orgánica se usa de modo que el contenido de sólido en el agente auxiliar para la formación de la película fina orgánica en términos de número de moles como óxido es de 0,001 a 1 mol por 1 mol del tensioactivo metálico (2).

7. El método de formación de película fina orgánica según la reivindicación 1, en donde el sustrato se sumerge en la disolución para la formación de la película fina orgánica.

10 8. El método de formación de película fina orgánica según la reivindicación 1, en donde el disolvente orgánico es un disolvente hidrocarbonado o un disolvente fluorocarbonado.

15 9. El método de formación de película fina orgánica según la reivindicación 1, en donde la disolución para la formación de la película fina orgánica contiene de 20 a 2000 ppm de un compuesto que contiene grupo hidroxilo que es un producto de hidrólisis parcial del tensioactivo metálico (1) y el tensioactivo metálico (2).

10. El método según la reivindicación 1, en donde

el sustrato no es cristalino; y

la película fina orgánica es una película fina orgánica cristalina.

FIG. 1

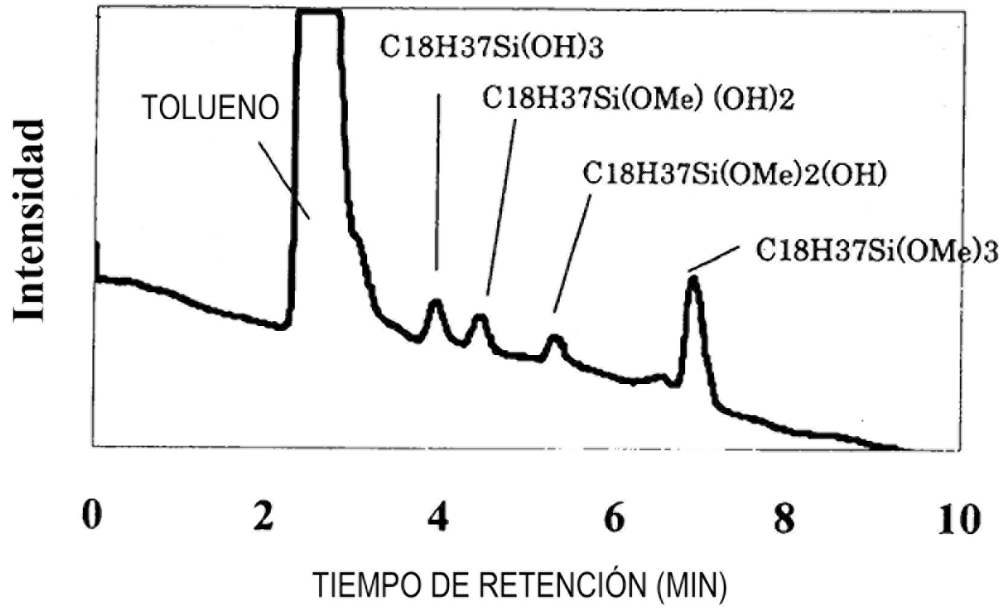


FIG. 2

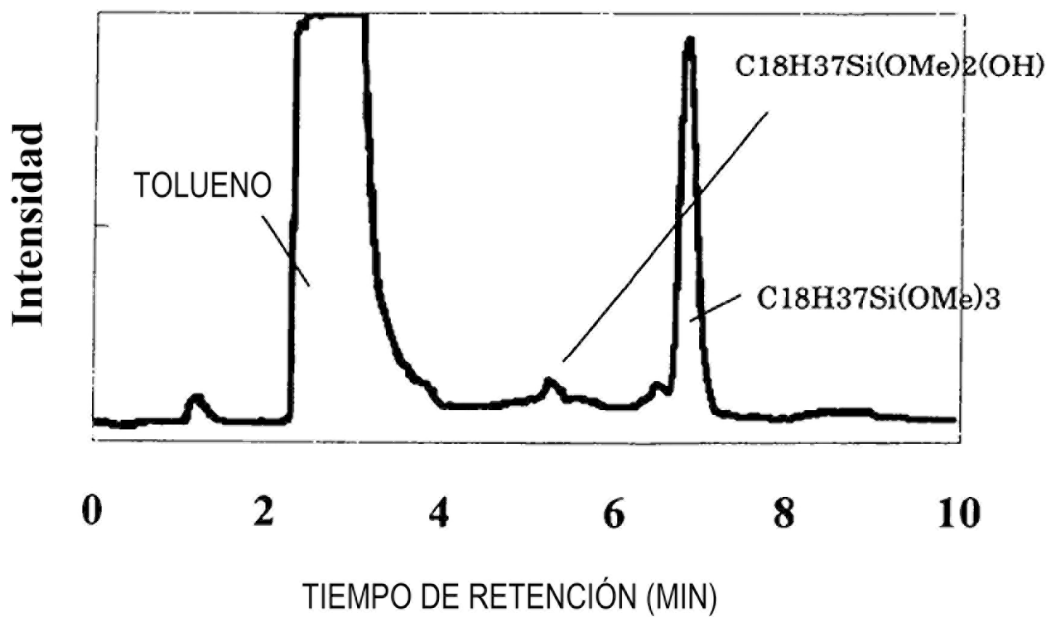


FIG. 3

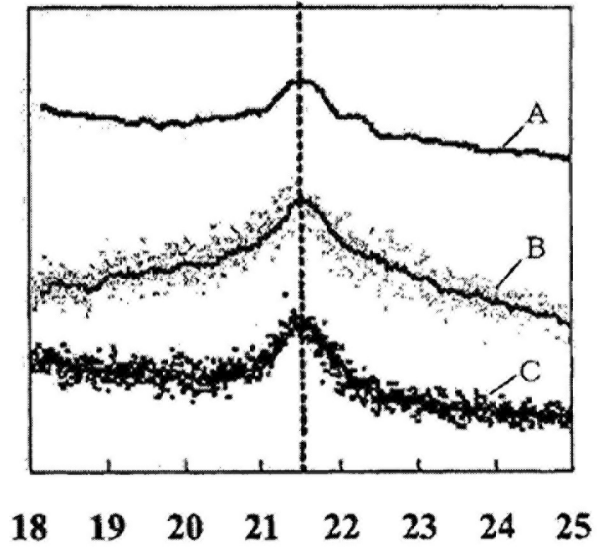


FIG. 4

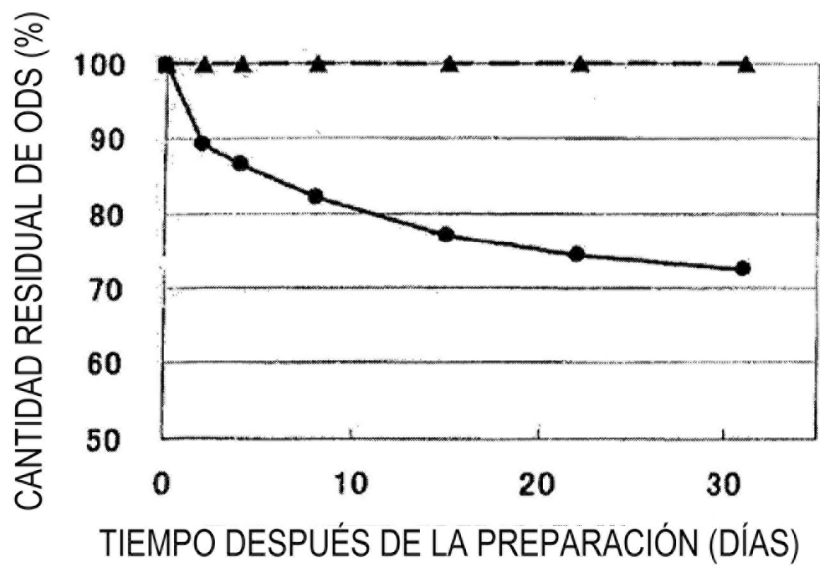


FIG. 5

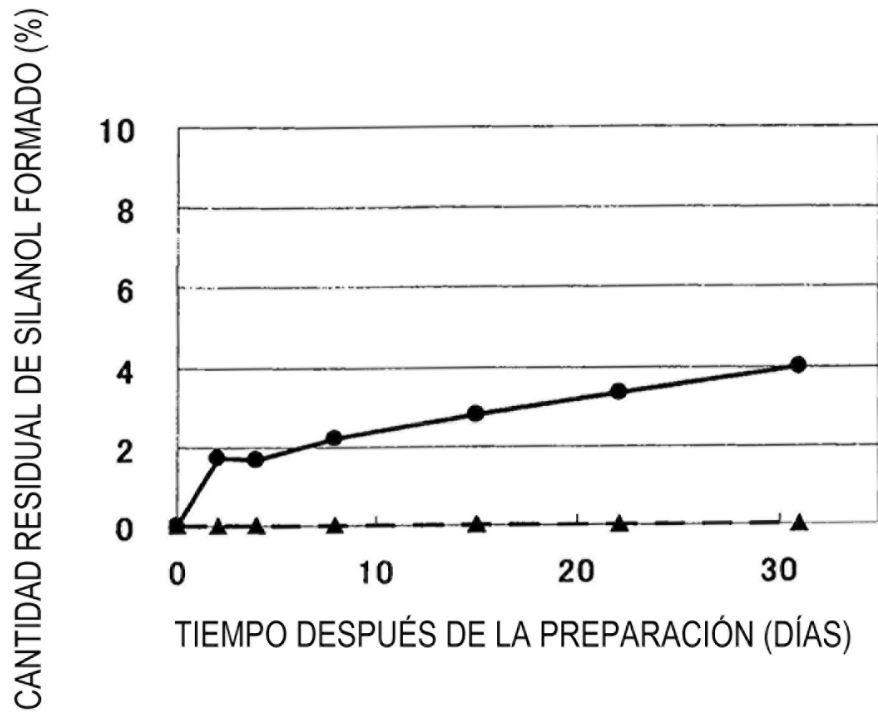


FIG. 6

