



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2013114711/05, 02.09.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
02.09.2011

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
03.09.2010 EP 10175238.4

(43) Дата публикации заявки: 10.10.2014 Бюл. № 28

(45) Опубликовано: 20.12.2015 Бюл. № 35

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: WO 2009/059382 A1, 14.05.2009. WO 03/
058649 A1, 17.07.2003. RU 2007143533 A,
10.06.2009. RU 2232633 C2, 20.07.2004.(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 03.04.2013(86) Заявка РСТ:
EP 2011/065162 (02.09.2011)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2012/028701 (08.03.2012)

Адрес для переписки:

105064, Москва, а/я 88, "Патентные поверенные
Квашнин, Сапельников и партнеры"

(72) Автор(ы):

ДОЙЕРЛЯЙН Штефан (DE),
ДОМКЕ Имме (DE),
МИХАЙЛОВСКИ Алексей (DE),
РИГЕР Райнхольд (DE),
ЧАРОЭНСИРИСОМБООН Пияда (DE),
АЙХХОЛЬЦ Кристиан (DE),
БАЙЕР Роберт (DE)

(73) Патентообладатель(и):

БАСФ СЕ (DE)

(54) ГИДРОФОБНЫЕ ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННЫЕ ЧАСТИЦЫ

(57) Реферат:

Изобретение относится к стабильной смеси, содержащей модифицированные на поверхности частицы, растворитель и поверхностно-активное вещество, к применению этих частиц в системах, в которых частицы приводят в контакт как минимум с одним растворителем, причем отношение масс растворителя и масс модифицированных частиц больше чем 500, а также к применению этих частиц в циклах агломерации-деагломерации. Модифицированные на поверхности частицы получают при взаимодействии частиц оксида металла как минимум с одним соединением, выбираемым из

кремнийсодержащих соединений, которые содержат один, два или три алкокси-радикала. Оксиды металлов выбирают из группы, включающей оксиды Mn, Fe, Co, Ni, Cu, их комбинации и смешанные оксиды этих металлов как минимум с одним щелочноземельным металлом. Изобретение обеспечивает получение гидрофобных на поверхности частиц, которые отличаются высокой стабильностью по отношению к большому количеству растворителя и/или поверхностно-активных веществ. 5 н. и 10 з.п. ф-лы, 13 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21)(22) Application: **2013114711/05, 02.09.2011**(24) Effective date for property rights:
02.09.2011

Priority:

(30) Convention priority:
03.09.2010 EP 10175238.4(43) Application published: **10.10.2014** Bull. № 28(45) Date of publication: **20.12.2015** Bull. № 35(85) Commencement of national phase: **03.04.2013**(86) PCT application:
EP 2011/065162 (02.09.2011)(87) PCT publication:
WO 2012/028701 (08.03.2012)

Mail address:

**105064, Moskva, a/ja 88, "Patentnye poverennye
Kvashnin, Sapel'nikov i partnery"**

(72) Inventor(s):

**DOJERLJaJN Shtefan (DE),
DOMKE Imme (DE),
MIKhAJLOVSKI Aleksej (DE),
RIGER Rajnkho'd (DE),
ChAROEhNSIRISOMBOON Pijada (DE),
AJKhKhOL'Ts Kristian (DE),
BAJER Robert (DE)**

(73) Proprietor(s):

BASF SE (DE)**(54) HYDROPHOBIC FUNCTIONALISED PARTICLES**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to a stable mixture containing surface-modified particles, a solvent and a surfactant, to the use of said particles in systems where particles are brought into contact with at least one solvent, wherein the ratio of the mass of the solvent to the mass of the modified particles is greater than 500, as well as to the use of said particles in agglomeration-deagglomeration cycles. The surface-modified particles are obtained by reacting metal oxide particles with at

least one compound selected from silicon-containing compounds which contain one, two or three alkoxy radicals. The metal oxides are selected from a group which includes Mn, Fe, Co, Ni and Cu oxides, combinations thereof and mixed oxides of said metals with at least one alkali-earth metal.

EFFECT: obtaining surface-hydrophobic particles, characterised by high stability with respect to a large amount of solvent or surfactants.

15 cl, 13 ex

Данное изобретение относится к стабильной смеси, содержащей модифицированные на поверхности частицы, которые получают при взаимодействии частиц оксида металла или полуметалла с, как минимум, одним соединением, выбираемым из кремнийсодержащих соединений, которые содержат один, два или три алкокси-радикала, и, как минимум, один растворитель, как минимум, одно поверхностно-активное вещество или их смесь, к применению этих частиц в системах, в которых частицы приводят в контакт с, как минимум, одним растворителем, причем отношение масс растворителя и масс модифицированных частиц больше чем 500, а также к применению этих частиц в циклах агломерации-деагломерации.

Частицы оксида металла или полуметалла, которые функционализированы на поверхности кремнийсодержащими соединениями, уже известны из уровня техники.

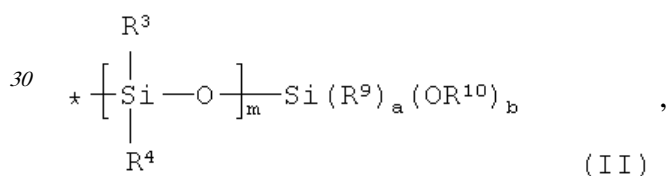
В WO 2009/059382 A1 опубликована гидрофобная модификация минеральных наполнителей и смешанных полимерных систем. Согласно этому документу гидрофобное модифицирование проводят путем реакции соответствующих минеральных частиц с силанами, например, (C₃-C₁₂)-алкилтриалкоксисиланами. О том, что соответственно гидрофобно модифицированные частицы согласно WO 2009/059382 D1 особенно стабильны в большом количестве растворителя, при необходимости в присутствии поверхностно-активных веществ, в этом документе не сообщается.

Задача данного изобретения в связи с уровнем техники в связи с этим состоит, предоставить в распоряжение гидрофобированные на поверхности частицы, которые отличаются особенно высокой стабильностью по отношению к большому количеству растворителя и/или поверхностно-активных веществ.

Эта задача решается с помощью стабильной смеси, содержащей модифицированные на поверхности частицы, которые получают при взаимодействии частиц оксида металла или полуметалла с, как минимум, одним соединением общей формулы (I)



или полисилоксанами общей формулы (II)

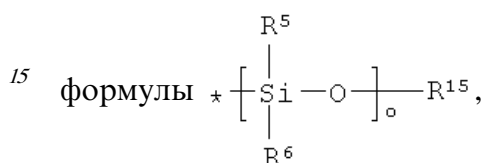


в которых R¹, R², R³, R⁴, R⁹, R¹⁰, a, b, m и n имеют следующие значения:

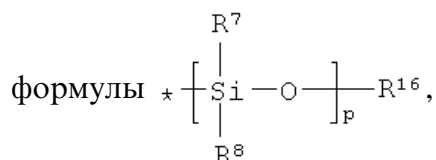
R¹, R²,

R⁹, R¹⁰ независимо один от другого означают водород, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₁-C₃₀)-алкил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₂-C₃₀)-алкенил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₂-C₃₀)-алкинил, при необходимости функционализированный (C₃-C₂₀)-циклоалкил, при необходимости функционализированный (C₃-C₂₀)-циклоалкенил, при необходимости функционализированный (C₁-C₂₀)-гетероалкил, при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-арил, при необходимости функционализированный (C₆-C₂₃)-алкиларил, при необходимости функционализированный (C₆-C₂₃)-арилалкил, при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-гетероарил,

R^3 независимо друг от друга означают водород, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_1-C_{30})-алкил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2-C_{20})-алкенил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2-C_{20})-алкинил, при необходимости функционализированный (C_3-C_{20})-циклоалкил, при необходимости функционализированный (C_3-C_{20})-циклоалкенил, при необходимости функционализированный (C_1-C_{20})-гетероалкил, при необходимости функционализированный (C_5-C_{22})-арил, при необходимости функционализированный (C_6-C_{23})-алкиларил, при необходимости функционализированный (C_6-C_{23})-арилалкил, при необходимости функционализированный (C_5-C_{22})-гетероарил, $-OR^{17}$, группу общей



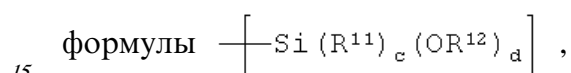
R^4 независимо друг от друга означают водород, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_1-C_{30})-алкил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2-C_{20})-алкенил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2-C_{20})-алкинил, при необходимости функционализированный (C_3-C_{20})-циклоалкил, при необходимости функционализированный (C_3-C_{20})-циклоалкенил, при необходимости функционализированный (C_1-C_{20})-гетероалкил, при необходимости функционализированный (C_5-C_{22})-арил, при необходимости функционализированный (C_6-C_{23})-алкиларил, при необходимости функционализированный (C_6-C_{23})-арилалкил, при необходимости функционализированный (C_5-C_{22})-гетероарил, $-OR^{18}$, группу общей



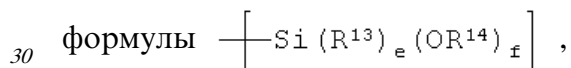
$R^5, R^6,$

R^7, R^8 , независимо друг от друга означают водород, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_1-C_{30})-алкил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2-C_{30})-алкенил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2-C_{30})-алкинил, при необходимости функционализированный (C_3-C_{20})-циклоалкил, при необходимости функционализированный (C_3-C_{20})-циклоалкенил, при необходимости функционализированный (C_1-C_{20})-гетероалкил, при необходимости функционализированный (C_5-C_{22})-арил, при необходимости функционализированный (C_6-C_{23})-алкиларил, при необходимости функционализированный (C_6-C_{23})-арилалкил, при необходимости функционализированный (C_5-C_{22})-гетероарил,

R¹⁵ независимо друг от друга означают водород, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₁-C₃₀)-алкил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₂-C₃₀)-алкенил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₂-C₃₀)-алкинил, при необходимости функционализированный (C₃-C₂₀)-циклоалкил, при необходимости функционализированный (C₃-C₂₀)-циклоалкенил, при необходимости функционализированный (C₁-C₂₀)-гетероалкил, при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-арил, при необходимости функционализированный (C₆-C₂₃)-алкиларил, при необходимости функционализированный (C₆-C₂₃)-арилалкил, при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-гетероарил, или группу общей



R¹⁶ независимо друг от друга означают водород, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₁-C₃₀)-алкил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₂-C₃₀)-алкенил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₂-C₃₀)-алкинил, при необходимости функционализированный (C₃-C₂₀)-циклоалкил, при необходимости функционализированный (C₃-C₂₀)-циклоалкенил, при необходимости функционализированный (C₁-C₂₀)-гетероалкил, при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-арил, при необходимости функционализированный (C₆-C₂₃)-алкиларил, при необходимости функционализированный (C₆-C₂₃)-арилалкил, при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-гетероарил, или группу общей



R¹¹, R¹²,

R¹³, R¹⁴,

35 R¹⁷, R¹⁸ независимо друг от друга означают водород, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₁-C₃₀)-алкил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₂-C₃₀)-алкенил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₂-C₃₀)-алкинил, при необходимости функционализированный (C₃-C₂₀)-циклоалкил, при необходимости функционализированный (C₃-C₂₀)-циклоалкенил, при необходимости функционализированный (C₁-C₂₀)-гетероалкил, при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-арил, при необходимости функционализированный (C₆-C₂₃)-алкиларил, при необходимости функционализированный (C₆-C₂₃)-арилалкил, при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-гетероарил,

n означает 1, 2 или 3,

a, c, e независимо один от другого означают 0, 1 или 2, предпочтительно 0,

b означает 3-a,

d означает 3-с,

f означает 3-е и

m, o, p независимо один от другого означают от 1 до 500, предпочтительно от 1 до 50, более предпочтительно от 1 до 20,

и, как минимум, один растворитель, как минимум, одно поверхностно-активное вещество или их смесь.

Согласно данному изобретению под полисилоксанами общей формулы (II) понимают такие, которые содержат группы общей формулы (II). Связывание при этом происходит через связь, обозначенную значком *, соответственно, через свободную связь у Si-атома.

Данное изобретение также относится к стабильной смеси, содержащей модифицированные на поверхности частицы, которые получают при взаимодействии частиц оксида металла или полуметалла с, как минимум, одним соединением общей формулы (I)



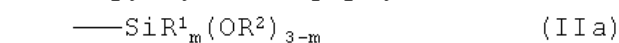
в которой R^1 , R^2 и n имеют следующие значения:

R^1 независимо один от другого означают водород, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_1 - C_{30})-алкил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{30})-алкенил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{30})-алкинил, при необходимости функционализированный (C_3 - C_{20})-циклоалкил, при необходимости функционализированный (C_3 - C_{20})-циклоалкенил, при необходимости функционализированный (C_1 - C_{20})-гетероалкил, при необходимости функционализированный (C_5 - C_{22})-арил, при необходимости функционализированный (C_6 - C_{23})-алкиларил, при необходимости функционализированный (C_6 - C_{23})-арилалкил, при необходимости функционализированный (C_5 - C_{22})-гетероарил,

R^2 независимо один от другого означают водород, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_1 - C_{30})-алкил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{20})-алкенил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{20})-алкинил, при необходимости функционализированный (C_3 - C_{20})-циклоалкил, при необходимости функционализированный (C_3 - C_{20})-циклоалкенил, при необходимости функционализированный (C_1 - C_{20})-гетероалкил, при необходимости функционализированный (C_5 - C_{22})-арил, при необходимости функционализированный (C_6 - C_{23})-алкиларил, при необходимости функционализированный (C_6 - C_{23})-арилалкил, при необходимости функционализированный (C_5 - C_{22})-гетероарил,

и/или

группу общей формулы (IIa)



в которой R^1 и R^2 независимо один от другого имеют значения, приведенные выше, и m независимо один от другого может означать 0, 1, 2 или 3, n означает 1, 2 или 3,

и, как минимум, один растворитель, как минимум, одно поверхностно-активное вещество или их смесь.

В том случае, когда R^2 в соединении общей формулы (I) несколько раз, например более чем один раз, означает группу общей формулы (IIa), то представлены соответствующие соединения, которые содержат две, три, четыре или более группы, содержащие Si-атомы. Поэтому, в том случае, когда в общей формуле (I) R^2 несколько раз означает группу общей формулы (IIa), мы имеем дело с полисилоксанами, которые, как правило, соответствуют общей формуле (II).

Далее задача решается, путем применения модифицированных на поверхности частиц согласно данному изобретению в системах, в которых модифицированные частицы приводятся в контакт с, как минимум, одним растворителем, причем отношение массы растворителя к массе модифицированных частиц больше чем 500.

Задача данного изобретения также решается путем применения модифицированных на поверхности частиц согласно данному изобретению в агломерационных-деагломерационных циклах.

Стабильная смесь согласно данному изобретению содержит модифицированные на поверхности частицы, которые получают путем взаимодействия частиц оксида металла или полуметалла с, как минимум, одним соединением общей формулы (I), с полисилоксаном общей формулы (II) или с соединением общей формулы (I), содержащим группы общей формулы (IIa), которые предпочтительно также являются полисилоксанами.

В рамках данного изобретения могут применяться, как правило, все известные специалистам частицы оксидов металлов или полуметаллов, предпочтительно частицы оксидов металлов. К примерам особенно подходящих согласно данному изобретению оксидов металлов относятся оксиды металлов главных и побочных групп Периодической системы элементов, более предпочтительно побочных групп Периодической системы элементов.

Оксид кремния не является предпочтительным в качестве оксида полуметалла согласно данному изобретению и поэтому не охватывается предпочтительным вариантом данного изобретения.

В одном из предпочтительных вариантов в связи с этим данное изобретение относится к смеси согласно данному изобретению, причем оксид кремния исключен из оксидов полуметаллов.

К примерам подходящих металлов главных групп Периодической системы элементов относятся щелочные металлы, например, Li, Na, K, Rb, Cs, щелочноземельные металлы, например, Be, Mg, Ca, Ba, Sr, третьей главной группы Периодической системы элементов, например, Al, Ga, In, Tl, четвертой главной группы Периодической системы элементов, например, Sn, Pb или пятой главной группы Периодической системы элементов, например, Sb, Bi.

К примерам подходящих металлов побочных групп Периодической системы элементов относятся Sc, Y, лантаниды, актиниды, Ti, Zr, Hf, Mn, Re, Fe, Ru, Os, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn и Cd.

В одном предпочтительном варианте изобретения оксид металла, применяемый согласно данному изобретению, представляет собой оксид металла, выбираемого из группы, включающей Li, Na, K, Rb, Cs, Be, Mg, Ca, Ba, Sr, Al, Ga, In, Tl, Sn, Pb, Sb, Bi, Sc, Y, лантаниды, актиниды, Ti, Zr, Hf, Mn, Re, Fe, Ru, Os, Co, Rh, Ir, Ni, Pd, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd и их смеси, еще более предпочтительно выбираемого из группы, включающей Mn, Fe, Co, Ni, Cu и их комбинации. Далее пригодны согласно данному изобретению

также смеси оксидов этих металлов, в частности, Mn, Fe, Co, Ni или Cu, с, как минимум, одним щелочноземельным металлом, например, Mg, Ca, Sr и/или Ba.

В связи с этим данное изобретение относится предпочтительно к смеси согласно данному изобретению, причем применяемый оксид металла представляет собой оксид металла, выбираемого из группы, включающей Mn, Fe, Co, Ni, Cu, их комбинации и смешанные оксиды этих металлов с, как минимум, одним щелочноземельным металлом, например, Mg, Ca, Sr и/или Ba.

В более предпочтительном варианте данное изобретение относится к смеси согласно данному изобретению, причем частица оксида металла или полуметалла является магнитной.

Еще более предпочтительными оксидами металлов являются оксиды железа, например, Fe_2O_3 , магнитные оксиды железа, например, магнетит, гематит, кубические ферриты общей формулы (III)



М выбирают из Co, Ni, Mn, Zn и их смесей и $x \leq 1$,

гексагональные ферриты, например, феррит кальция, бария или стронция $\text{MFe}_6\text{O}_{19}$ с $\text{M}=\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba}$ и их комбинации.

В одном из предпочтительных вариантов оксид металла, применяемый согласно данному изобретению, представляет собой магнитный оксид железа, выбираемый из названной группы. В еще более предпочтительном варианте применяемый согласно данному изобретению, как минимум, один оксид металла представляет собой магнетит.

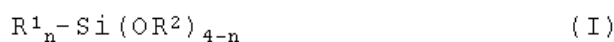
Магнетит соответствует формуле Fe_3O_4 , в частности $\text{Fe}^{\text{II}}\text{Fe}^{\text{III}}_2\text{O}_4$, и известен специалистам. Магнетит можно получить известными способами, а также имеется в продаже.

Частицы оксида металла, применяемые согласно данному изобретению могут при необходимости также содержать дополнительные легирующие средства, например, другие металлы в оксидной или элементарной форме, например, благородные металлы, такие как платина.

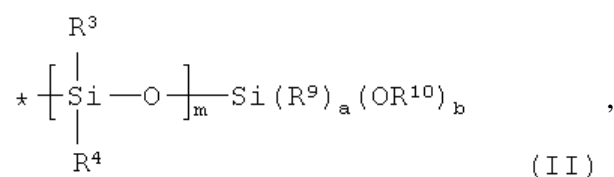
Частицы согласно данному изобретению имеют, как правило, размеры частиц от 50 нм до 500 мкм, предпочтительно от 200 нм до 100 мкм, еще более предпочтительно от 500 нм до 10 мкм.

Частицы согласно данному изобретению могут, как правило, иметь любую форму, например, шарообразную, цилиндрическую, иглообразную или в виде кирпичиков.

В стабильной смеси согласно данному изобретению находятся модифицированные на поверхности частицы, которые получают при взаимодействии частиц оксида металла или полуметалла с, как минимум, одним соединением общей формулы (I)



или с полисилоксанами общей формулы (II)



в которых $\text{R}^1, \text{R}^2, \text{R}^3, \text{R}^4, \text{R}^9, \text{R}^{10}$, a, b, m и n имеют значения, приведенные выше.

Предпочтительно R^1 независимо один от другого означает линейный или

разветвленный, при необходимости функционализированный (C₁-C₃₀)-алкил, более предпочтительно (C₁-C₂₀)-алкил, еще более предпочтительно (C₄-C₁₂)-алкил. В одном из предпочтительных вариантов R¹ означает линейный или разветвленный, не функционализированный (C₁-C₃₀)-алкил, более предпочтительно (C₁-C₂₀)-алкил, еще более предпочтительно (C₄-C₁₂)-алкил. К примерам линейных или разветвленных (C₄-C₁₂)-алкильных радикалов относятся бутилы, в частности, н-бутил, изо-бутил, трет-бутил, пентил, в частности, н-пентил, изо-пентил, трет-пентил, гексил, в частности, н-гексил, изо-гексил, трет-гексил, гептил, в частности, н-гептил, изо-гептил, трет-гептил, октил, в частности, н-октил, изо-октил, трет-октил, нонил, в частности, н-нонил, изо-нонил, трет-нонил, децил, в частности, н-децил, изо-децил, трет-децил, ундецил, в частности, н-ундецил, изо-ундецил, трет-ундецил или додецил, в частности, н-додецил, изо-додецил, трет-додецил.

Далее предпочтительно R¹ независимо один от другого означает линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₂-C₃₀)-алкенил, более предпочтительно (C₂-C₂₀)-алкенил, еще более предпочтительно (C₄-C₁₂)-алкенил. К примерам более предпочтительных согласно данному изобретению алкенильных радикалов относятся этенил (винил), пропенил, в частности, н-пропенил, изо-пропенил, бутенил, в частности, н-бутенил, изо-бутенил, трет-бутенил, пентенил, в частности, н-пентенил, изо-пентенил, трет-пентенил, гексенил, в частности, н-гексенил, изо-гексенил, трет-гексенил, гептенил, в частности, н-гептенил, изо-гептенил, трет-гептенил, октенил, в частности, н-октенил, изо-октенил, трет-октенил, ноненил, в частности, н-ноненил, изо-ноненил, трет-ноненил, деценил, в частности, н-деценил, изо-деценил, трет-деценил, ундеценил, в частности, н-ундеценил, изо-ундеценил, трет-ундеценил или додеценил, в частности, н-додеценил, изо-додеценил, трет-додеценил.

Далее предпочтительно R¹ независимо один от другого означает линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C₂-C₃₀)-алкинил, более предпочтительно (C₂-C₂₀)-алкинил, еще более предпочтительно (C₄-C₁₂)-алкинил. К примерам более предпочтительных согласно данному изобретению алкинильных радикалов относятся этинил, пропирил, в частности, н-пропирил, изо-пропирил, бутирил, в частности, н-бутирил, изо-бутирил, трет-бутирил, пентинил, в частности, н-пентинил, изо-пентинил, трет-пентинил, гексинил, в частности, н-гексинил, изо-гексинил, трет-гексинил, гептинил, в частности, н-гептинил, изо-гептинил, трет-гептинил, октинил, в частности, н-октинил, изо-октинил, трет-октинил, нонинил, в частности, н-нонинил, изо-нонинил, трет-нонинил, децинил, в частности, н-децинил, изо-децинил, трет-децинил, ундецинил, в частности, н-ундецинил, изо-ундецинил, трет-ундецинил или додецинил, в частности, н-додецинил, изо-додецинил, трет-додецинил.

Далее предпочтительно R¹ независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₃-C₂₀)-циклоалкил, более предпочтительно (C₃-C₁₂)-циклоалкил, еще более предпочтительно (C₃-C₆)-циклоалкил, например, циклопропил, циклобутил, циклопентил, циклогексил.

Далее предпочтительно R¹ независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₃-C₂₀)-циклоалкенил, более предпочтительно (C₃-C₁₂)-циклоалкенил, еще более предпочтительно (C₃-C₆)-циклоалкенил, например, циклопропенил, циклобутенил, циклопентенил, циклогексенил.

Далее предпочтительно R^1 независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C_1 - C_{20})-гетероалкил, более предпочтительно (C_1 - C_{12})-гетероалкил. Гетероалкильные радикалы согласно данному изобретению получают из указанных алкильных радикалов, причем как минимум, один атом углерода замещен у них на гетероатом, выбираемый из N, O, P или S.

Далее предпочтительно R^1 независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C_5 - C_{22})-арил, более предпочтительно (C_5 - C_{12})-арил. К примерам предпочтительных согласно данному изобретению арильных радикалов относятся фенил, нафтил или биарилы.

Далее предпочтительно R^1 независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C_6 - C_{23})-алкиларил, более предпочтительно (C_6 - C_{13})-алкиларил. К примерам предпочтительных согласно данному изобретению алкиларильных радикалов относится бензил.

Далее предпочтительно R^1 независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C_6 - C_{23})-арилалкил, более предпочтительно (C_6 - C_{13})-арилалкил. К примерам предпочтительных согласно данному изобретению арилалкильных радикалов относятся толуил, ксиллил, пропилбензил, гексилбензил.

Далее предпочтительно R^1 независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C_5 - C_{22})-гетероарил, более предпочтительно (C_5 - C_{12})-гетероарил.

Указанные радикалы R^1 могут быть при необходимости функционализированы. Подходящие функциональные группы выбирают, например, из amino-, амидо-, имидо-, гидроксигрупп, простых эфирных, альдегидных групп, кето-, карбокси-групп, тиольных, тиоэфирных, гидроксаматных или карбаматных групп. Указанные радикалы R^1 могут быть однократно или многократно функционализированными. При многократном функционализировании одна функциональная группа может быть многократно представлена, или одновременно представлены различные функциональные группы. Указанные для R^1 радикалы могут, кроме того, быть однократно или многократно замещенными указанными алкильными, алкенильными, алкинильными, арильными, алкиларильными, арилалкильными, гетероалкильными или гетероарильными радикалами.

Еще более предпочтительными радикалами R^1 являются октил, более предпочтительно n-октил, гексил, более предпочтительно n-гексил, и/или бутил, более предпочтительно n-бутил, децил, более предпочтительно n-децил, или додецил, более предпочтительно n-додецил.

„Независимо один от другого“ означает в рамках данного изобретения, что в том случае, когда у соединения общей формулы (I) имеется несколько радикалов R^1 , то эти радикалы могут быть одинаковыми или различными.

Предпочтительно R^2 независимо один от другого означает линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_1 - C_{30})-алкил, более предпочтительно (C_1 - C_{20})-алкил, еще более предпочтительно (C_1 - C_{12})-алкил. В предпочтительном варианте изобретения R^2 означает линейный или разветвленный,

не функционализированный (C_1 - C_{30})-алкил, более предпочтительно (C_1 - C_{20})-алкил, еще более предпочтительно (C_1 - C_{12})-алкил. К примерам линейных или разветвленных (C_1 - C_{12})-алкильных радикалов относятся метил, этил, пропил, в частности, н-пропил, изо-пропил, бутил, в частности, н-бутил, изо-бутил, трет-бутил, пентил, в частности, н-пентил, изо-пентил, трет-пентил, гексил, в частности, н-гексил, изо-гексил, трет-гексил, гептил, в частности, н-гептил, изо-гептил, трет-гептил, октил, в частности, н-октил, изо-октил, трет-октил, нонил, в частности, н-нонил, изо-нонил, трет-нонил, децил, в частности, н-децил, изо-децил, трет-децил, ундецил, в частности, н-ундецил, изо-ундецил, трет-ундецил, или додецил, в частности, н-додецил, изо-додецил, трет-додецил.

Далее предпочтительно R^2 независимо один от другого означает линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{30})-алкенил, более предпочтительно (C_2 - C_{20})-алкенил, еще более предпочтительно (C_2 - C_{12})-алкенил. К примерам более предпочтительных согласно данному изобретению алкенильных радикалов относятся этенил (винил), пропенил, в частности, н-пропенил, изо-пропенил, бутенил, в частности, н-бутенил, изо-бутенил, трет-бутенил, пентенил, в частности, н-пентенил, изо-пентенил, трет-пентенил, гексенил, в частности, н-гексенил, изо-гексенил, трет-гексенил, гептенил, в частности, н-гептенил, изо-гептенил, трет-гептенил, октенил, в частности, н-октенил, изо-октенил, трет-октенил, ноненил, в частности, н-ноненил, изо-ноненил, трет-ноненил, деценил, в частности, н-деценил, изо-деценил, трет-деценил, ундеценил, в частности, н-ундеценил, изо-ундеценил, трет-ундеценил, или додеценил, в частности, н-додеценил, изо-додеценил, трет-додеценил.

Далее предпочтительно R^2 независимо один от другого означает линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{30})-алкинил, более предпочтительно (C_2 - C_{20})-алкинил, еще более предпочтительно (C_2 - C_{12})-алкинил. К примерам более предпочтительных согласно данному изобретению алкинильных радикалов относятся этинил, пропилил, в частности, н-пропилил, изо-пропилил, бутинил, в частности, н-бутинил, изо-бутинил, трет-бутинил, пентинил, в частности, н-пентинил, изо-пентинил, трет-пентинил, гексинил, в частности, н-гексинил, изо-гексинил, трет-гексинил, гептинил, в частности, н-гептинил, изо-гептинил, трет-гептинил, октинил, в частности, н-октинил, изо-октинил, трет-октинил, нонинил, в частности, н-нонинил, изо-нонинил, трет-нонинил, децинил, в частности, н-децинил, изо-децинил, трет-децинил, ундецинил, в частности, н-ундецинил, изо-ундецинил, трет-ундецинил, или додецинил, в частности, н-додецинил, изо-додецинил, трет-додецинил.

Далее предпочтительно R^2 независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C_3 - C_{20})-циклоалкил, более предпочтительно (C_3 - C_{12})-циклоалкил, еще более предпочтительно (C_3 - C_6)-циклоалкил, например, циклопропил, циклобутил, циклопентил, циклогексил.

Далее предпочтительно R^2 независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C_3 - C_{20})-циклоалкенил, более предпочтительно (C_3 - C_{12})-циклоалкенил, еще более предпочтительно (C_3 - C_6)-циклоалкенил, например, циклопропенил, циклобутенил, циклопентенил, циклогексенил.

Далее предпочтительно R^2 независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C_1 - C_{20})-гетероалкил, более предпочтительно (C_4 - C_{12})-гетероалкил. Гетероалкильные радикалы согласно данному изобретению получают из

указанных алкильных радикалов, причем в них, как минимум, один атом углерод замещен на гетероатом, выбираемый из N, O, P или S.

Далее предпочтительно R² независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-арил, более предпочтительно (C₅-C₁₂)-арил. Более предпочтительны фенил, нафтил или биарилы.

Далее предпочтительно R² независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₆-C₂₃)-алкиларил, более предпочтительно (C₆-C₁₃)-алкиларил. Более предпочтительным согласно данному изобретению алкиларильным радикалом является бензил.

Далее предпочтительно R² независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₆-C₂₃)-арилалкил, более предпочтительно (C₆-C₁₃)-арилалкил. К примерам предпочтительных согласно данному изобретению арилалкильных радикалов относятся толуил, ксиллил, пропилбензил, гексилбензил.

Далее предпочтительно R² независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-гетероарил, более предпочтительно (C₅-C₁₂)-гетероарил.

Указанные радикалы R² могут быть при необходимости функционализированы. Подходящие функциональные группы выбирают, например, из amino-, амидо-, имидо-, гидроксо-групп, простых эфирных, альдегидных групп, кето-, карбокси-групп, тиольных, тиоэфирных, гидроксаматных или карбаматных групп. Указанные радикалы R² могут быть однократно или многократно функционализированными. При многократном функционализировании одна функциональная группа может быть многократно представлена, или одновременно представлены различные функциональные группы. Указанные для R² радикалы могут, кроме того, быть однократно или многократно замещенными указанными алкильными, алкенильными, алкинильными, арильными, алкиларильными, арилалкильными, гетероалкильными или гетероарильными радикалами.

Наиболее предпочтительными радикалами R² являются метил и/или этил.

В связи с этим данное изобретение предпочтительно относится к смеси согласно данному изобретению, причем в соединении общей формулы (I) R² означает метил или этил.

В другом предпочтительном варианте изобретения R² означает группу общей формулы (IIa)



причем R¹ и R² независимо один от другого имеют приведенные выше значения и m независимо один от другого может означать 0, 1, 2 или 3, предпочтительно 1 или 2. Присоединение этой группы общей формулы (IIa) к соединению общей формулы (I) происходит через свободную связь на Si-атоме.

В одном из предпочтительных вариантов R¹ означает в группе общей формулы (IIa) независимо один от другого октил, предпочтительно n-октил, гексил, предпочтительно n-гексил, и/или бутил, предпочтительно n-бутил, децил, предпочтительно n-децил, или додецил, предпочтительно n-додецил.

В одном из более предпочтительных вариантов R² означает в группе общей формулы

(IIa) независимо один от другого метил или этил.

В связи с этим данное изобретение предпочтительно относится к смеси согласно данному изобретению, причем в соединении общей формулы (I) или в группе общей формулы (IIa) R^2 означает метил или этил.

5 Если в соединении общей формулы (I) группы общей формулы (IIa) повторяются, то согласно изобретению применяются полисилоксаны в качестве соединений общей формулы (I). В том случае, когда применяются согласно изобретению полисилоксаны, содержащие группы общей формулы (IIa), они могут быть линейными или
10 разветвленными. Применяемые согласно изобретению полисилоксаны, содержащие группы общей формулы (IIa), имеют, как правило, молекулярный вес от 250 до 200000 г/моль, предпочтительно от 250 до 20000 г/моль, более предпочтительно от 300 до 5000 г/моль.

„Независимо один от другого“ означает в рамках данного изобретения, что в том
15 случае, когда в соединении общей формулы (I) присутствует несколько радикалов R^2 , эти радикалы могут быть одинаковыми или различными.

Предпочтительно R^3 независимо один от другого означает линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_1 - C_{30})-алкил, более предпочтительно (C_1 - C_{20})-алкил, еще более предпочтительно (C_1 - C_{12})-алкил. В одном
20 из предпочтительных вариантов R^3 означает линейный или разветвленный, не функционализированный (C_1 - C_{30})-алкил, более предпочтительно (C_1 - C_{20})-алкил, еще более предпочтительно (C_1 - C_{12})-алкил. К примерам линейных или разветвленных (C_1 - C_{12})-алкильных радикалов относятся метил, этил, пропил, в частности, н-пропил,
25 изо-пропил, бутил, в частности, н-бутил, изо-бутил, трет-бутил, пентил, в частности, н-пентил, изо-пентил, трет-пентил, гексил, в частности, н-гексил, изо-гексил, трет-гексил, гептил, в частности, н-гептил, изо-гептил, трет-гептил, октил, в частности, н-октил, изо-октил, трет-октил, нонил, в частности, н-нонил, изо-нонил, трет-нонил, децил, в
30 частности, н-децил, изо-децил, трет-децил, ундецил, в частности, н-ундецил, изо-ундецил, трет-ундецил, или додецил, в частности, н-додецил, изо-додецил, трет-додецил.

Далее предпочтительно R^3 независимо один от другого означает линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{30})-алкенил, более предпочтительно (C_2 - C_{20})-алкенил, еще более предпочтительно (C_2 - C_{12})-алкенил. К
35 примерам более предпочтительных согласно данному изобретению алкенильных радикалов относятся этенил (винил), пропенил, в частности, н-пропенил, изо-пропенил, бутенил, в частности, н-бутенил, изо-бутенил, трет-бутенил, пентенил, в частности, н-пентенил, изо-пентенил, трет-пентенил, гексенил, в частности, н-гексенил, изо-гексенил, трет-гексенил, гептенил, в частности, н-гептенил, изо-гептенил, трет-гептенил, октенил,
40 в частности, н-октенил, изо-октенил, трет-октенил, ноненил, в частности, н-ноненил, изо-ноненил, трет-ноненил, деценил, в частности, н-деценил, изо-деценил, трет-деценил, ундеценил, в частности, н-ундеценил, изо-ундеценил, трет-ундеценил, или додеценил, в частности, н-додеценил, изо-додеценил, трет-додеценил.

Далее предпочтительно R^3 независимо один от другого означает линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{30})-алкинил, более предпочтительно (C_2 - C_{20})-алкинил, еще более предпочтительно (C_2 - C_{12})-алкинил. К
45 примерам более предпочтительных согласно данному изобретению алкинильных

радикалов относятся этинил, пропирил, в частности, н-пропирил, изо-пропирил, бутирил, в частности, н-бутирил, изо-бутирил, трет-бутирил, пентинил, в частности, н-пентинил, изо-пентинил, трет-пентинил, гексинил, в частности, н-гексинил, изо-гексинил, трет-гексинил, гептинил, в частности, н-гептинил, изо-гептинил, трет-гептинил, октинил, в
 5 частности, н-октинил, изо-октинил, трет-октинил, нонинил, в частности, н-нонинил, изо-нонинил, трет-нонинил, децинил, в частности, н-децинил, изо-децинил, трет-децинил, ундецинил, в частности, н-ундецинил, изо-ундецинил, трет-ундецинил, или додеценил, в частности, н-додеценил, изо-додеценил, трет-додеценил.

Далее предпочтительно R^3 независимо один от другого означает при необходимости
 10 функционализированный (C_3-C_{20})-циклоалкил, более предпочтительно (C_3-C_{12})-циклоалкил, еще более предпочтительно (C_3-C_6)-циклоалкил, например, циклопропил, циклобутил, циклопентил, циклогексил.

Далее предпочтительно R^3 независимо один от другого означает при необходимости
 15 функционализированный (C_3-C_{20})-циклоалкенил, более предпочтительно (C_3-C_{12})-циклоалкенил, еще более предпочтительно (C_3-C_6)-циклоалкенил, например, циклопропенил, циклобутенил, циклопентенил, циклогексенил.

Далее предпочтительно R^3 независимо один от другого означает при необходимости
 20 функционализированный (C_1-C_{20})-гетероалкил, более предпочтительно (C_1-C_{12})-гетероалкил. Гетероалкильные радикалы согласно данному изобретению получают из указанных алкильных радикалов, причем в них, как минимум, один атом углерод замещен на гетероатом, выбираемый из N, O, P или S.

Далее предпочтительно R^3 независимо один от другого означает при необходимости
 25 функционализированный (C_5-C_{22})-арил, более предпочтительно (C_5-C_{12})-арил. К примерам арильных радикалов согласно данному изобретению относятся фенил, нафтил, биарилы.

Далее предпочтительно R^3 независимо один от другого означает при необходимости
 30 функционализированный (C_6-C_{23})-алкиларил, более предпочтительно (C_6-C_{13})-алкиларил. К примерам алкиларильных радикалов согласно данному изобретению относится бензил.

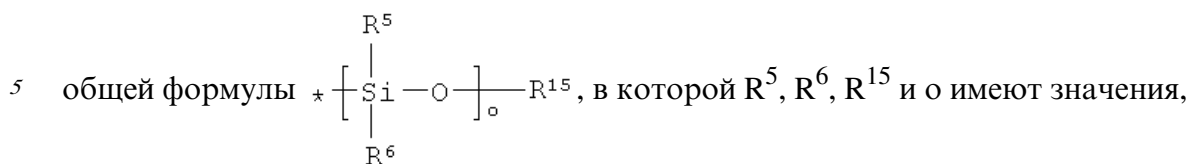
Далее предпочтительно R^3 независимо один от другого означает при необходимости
 35 функционализированный (C_6-C_{23})-арилалкил, более предпочтительно (C_6-C_{13})-арилалкил. К примерам предпочтительных арилалкильных радикалов согласно данному изобретению относятся толуил, ксиллил, пропилбензил, гексилбензил.

Далее предпочтительно R^3 независимо один от другого означает при необходимости
 40 функционализированный (C_5-C_{22})-гетероарил, более предпочтительно (C_5-C_{12})-гетероарил.

R^3 может в одном из вариантов означать $-OR^{17}$, причем R^{17} имеет значения, приведенные выше. Возможные и предпочтительные варианты для R^{17} соответствуют в одном предпочтительном варианте изобретения независимо один от другого
 45 указанным для R^3 возможным и предпочтительным вариантам. Еще более предпочтительно R^{17} имеет в этом варианте значения, выбираемые из метила, этила, гексила, октил, децила, додецила. В том случае, когда R^3 означает $-OR^{17}$, при

модифицировании поверхности частиц образуются сшитые силоксановые структуры.

В другом предпочтительном варианте данного изобретения R^3 означает группу



приведенные выше.

10 Предпочтительные варианты для R^5 и R^6 соответствуют независимо один от другого указанным для R^2 возможным и предпочтительным вариантам. Еще более предпочтительно R^5 и R^6 независимо один от другого выбирают из метила, этила, гексила, октила, децила, додецила.

15 Возможные и предпочтительные варианты для R^{15} соответствуют в одном из возможных вариантов независимо один от другого указанным для R^2 возможным и предпочтительным вариантам. Еще более предпочтительно R^{15} в этом варианте выбирают из метила, этила.

20 В еще одном варианте данного изобретения R^{15} может означать группу общей формулы $\left[\text{Si} (R^{11})_c (OR^{12})_d \right]$, где R^{11} , R^{12} , c и d имеют значения, приведенные выше.

25 Возможные и предпочтительные варианты для R^{11} соответствуют в одном возможном предпочтительном варианте независимо один от другого указанным для R^2 возможным и предпочтительным вариантам. Еще более предпочтительно R^{11} в этом варианте выбирают из метила, этила, гексила, октила, децила, додецила.

30 Возможные и предпочтительные варианты для R^{12} соответствуют в одном возможном предпочтительном варианте независимо один от другого указанным для R^2 возможным и предпочтительным вариантам. Еще более предпочтительно R^{12} в этом варианте выбирают из метила, этила.

35 c означает независимо один от другого 0, 1 или 2, предпочтительно 0.
 d означает 3-с, то есть может иметь значения 1, 2 или 3, причем 3 предпочтительно.

40 Указанные радикалы R^3 могут быть при необходимости функционализированы. Подходящие функциональные группы выбирают, например, из amino-, амидо-, имидо-, гидроксо-групп, простых эфирных, альдегидных групп, кето-, карбокси-групп, тиольных, тиоэфирных, гидроксаматных или карбаматных групп. Указанные радикалы R^3 могут быть однократно или многократно функционализированными. При многократном функционализировании одна функциональная группа может быть многократно представлена, или одновременно представлены различные функциональные группы. Указанные для R^3 радикалы могут, кроме того, быть однократно или многократно замещенными указанными алкильными, алкенильными, алкинильными, арильными, алкиларильными, арилалкильными, гетероалкильными или гетероарильными радикалами.

Еще более предпочтительными радикалами R^3 являются метил, бутил, особенно н-

бутил, гексил, особенно н-гексил, октил, особенно н-октил, децил, особенно н-децил и додецил, особенно н-додецил.

„Независимо один от другого“ означает в рамках данного изобретения, что в том случае, когда в соединении общей формулы (II) присутствует несколько радикалов R^3 , эти радикалы могут быть одинаковыми или различными.

Предпочтительно R^4 независимо один от другого означает линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_1-C_{30})-алкил, более предпочтительно (C_1-C_{20})-алкил, еще более предпочтительно (C_1-C_{12})-алкил. В

предпочтительном варианте R^4 означает линейный или разветвленный, не функционализированный (C_1-C_{30})-алкил, более предпочтительно (C_1-C_{20})-алкил, еще более предпочтительно (C_1-C_{12})-алкил. К примерам линейных или разветвленных (C_1-C_{12})-алкильных радикалов относятся метил, этил, пропил, в частности, н-пропил, изо-пропил, бутил, в частности, н-бутил, изо-бутил, трет-бутил, пентил, в частности, н-пентил, изо-пентил, трет-пентил, гексил, в частности, н-гексил, изо-гексил, трет-гексил, гептил, в частности, н-гептил, изо-гептил, трет-гептил, октил, в частности, н-октил, изо-октил, трет-октил, нонил, в частности, н-нонил, изо-нонил, трет-нонил, децил, в частности, н-децил, изо-децил, трет-децил, ундецил, в частности, н-ундецил, изо-ундецил, трет-ундецил, или додецил, в частности, н-додецил, изо-додецил, трет-додецил.

Далее предпочтительно R^4 независимо один от другого означает линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2-C_{30})-алкенил, более предпочтительно (C_2-C_{20})-алкенил, еще более предпочтительно (C_2-C_{12})-алкенил. К примерам более предпочтительных согласно данному изобретению алкенильных радикалов относятся этенил (винил), пропенил, в частности, н-пропенил, изо-пропенил, бутенил, в частности, н-бутенил, изо-бутенил, трет-бутенил, пентенил, в частности, н-пентенил, изо-пентенил, трет-пентенил, гексенил, в частности, н-гексенил, изо-гексенил, трет-гексенил, гептенил, в частности, н-гептенил, изо-гептенил, трет-гептенил, октенил, в частности, н-октенил, изо-октенил, трет-октенил, ноненил, в частности, н-ноненил, изо-ноненил, трет-ноненил, деценил, в частности, н-деценил, изо-деценил, трет-деценил, ундеценил, в частности, н-ундеценил, изо-ундеценил, трет-ундеценил, или додеценил, в частности, н-додеценил, изо-додеценил, трет-додеценил.

Далее предпочтительно R^4 независимо один от другого означает линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2-C_{30})-алкинил, более предпочтительно (C_2-C_{20})-алкинил, еще более предпочтительно (C_2-C_{12})-алкинил. К примерам более предпочтительных согласно данному изобретению алкинильных радикалов относятся этинил, пропилил, в частности, н-пропилил, изо-пропилил, бутинил, в частности, н-бутинил, изо-бутинил, трет-бутинил, пентинил, в частности, н-пентинил, изо-пентинил, трет-пентинил, гексинил, в частности, н-гексинил, изо-гексинил, трет-гексинил, гептинил, в частности, н-гептинил, изо-гептинил, трет-гептинил, октинил, в частности, н-октинил, изо-октинил, трет-октинил, нонинил, в частности, н-нонинил, изо-нонинил, трет-нонинил, децинил, в частности, н-децинил, изо-децинил, трет-децинил, ундецинил, в частности, н-ундецинил, изо-ундецинил, трет-ундецинил, или додецинил, в частности, н-додецинил, изо-додецинил, трет-додецинил.

Далее предпочтительно R^4 независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C_3-C_{20})-циклоалкил, более предпочтительно (C_3-C_{12})-

циклоалкил, еще более предпочтительно (C₃-C₆)-циклоалкил, например, циклопропил, циклобутил, циклопентил, циклогексил.

Далее предпочтительно R⁴ независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₃-C₂₀)-циклоалкенил, более предпочтительно (C₃-C₁₂)-циклоалкенил, еще более предпочтительно (C₃-C₆)-циклоалкенил, например, циклопропенил, циклобутенил, циклопентенил, циклогексенил.

Далее предпочтительно R⁴ независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₁-C₂₀)-гетероалкил, более предпочтительно (C₁-C₁₂)-гетероалкил. Гетероалкильные радикалы согласно данному изобретению получают из указанных алкильных радикалов, причем в них, как минимум, один атом углерода замещен на гетероатом, выбираемый из N, O, P или S.

Далее предпочтительно R⁴ независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-арил, более предпочтительно (C₅-C₁₂)-арил. К примерам предпочтительных согласно данному изобретению арильных радикалов относятся фенил, нафтил, биарилы.

Далее предпочтительно R⁴ независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₆-C₂₃)-алкиларил, более предпочтительно (C₆-C₁₃)-алкиларил. К примерам предпочтительных согласно данному изобретению алкиларильных радикалов относится бензил.

Далее предпочтительно R⁴ независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₅-C₂₃)-арилалкил, более предпочтительно (C₆-C₁₃)-арилалкил. К примерам предпочтительных согласно данному изобретению арилалкильных радикалов относятся толуил, ксиллил, пропилбензил, гексилбензил.

Далее предпочтительно R⁴ независимо один от другого означает при необходимости функционализированный (C₅-C₂₂)-гетероарил, более предпочтительно (C₅-C₁₂)-гетероарил.

R⁴ может в одном из вариантов означать -OR¹⁸, причем R¹⁸ имеет значения, приведенные выше. Возможные и предпочтительные варианты для R¹⁸ соответствуют в одном возможном варианте независимо один от другого значениям R⁴, которые названы в качестве возможных и предпочтительных вариантов. Еще более предпочтительно R¹⁸ в этом варианте выбирают из метила, этила, гексила, октила, децила, додецила. В том случае, когда R⁴ означает -OR¹⁸, при модифицировании поверхности частиц образуются сшитые силоксановые структуры.

В еще одном предпочтительном варианте данного изобретения R⁴ означает группу

общей формулы $\ast \left[\begin{array}{c} \text{R}^7 \\ | \\ \text{Si} - \text{O} \\ | \\ \text{R}^8 \end{array} \right]_p \text{R}^{16}$, в которой R⁷, R⁸, R¹⁶ и p имеют значения,

приведенные выше.

Предпочтительные варианты для радикалов R⁷ и R⁸ соответствуют независимо один от другого указанным для R² возможным и предпочтительным вариантам. Еще более

предпочтительно R⁷ и R⁸ независимо один от другого выбирают из метила, этила, гексила, октил, децила, додецила.

5 Возможные и предпочтительные варианты для R¹⁶ соответствуют в одном возможном варианте независимо один от другого указанным для R² возможным и предпочтительным вариантам. Еще более предпочтительно R¹⁶ в этом варианте выбирают из метила, этила.

10 В еще одном предпочтительном варианте данного изобретения R¹⁶ может означать группу общей формулы $\left[\text{Si} (\text{R}^{13})_e (\text{OR}^{14})_f \right]$, в которой R¹³, R¹⁴, e и f имеют значения, приведенные выше.

15 Возможные и предпочтительные варианты для R¹³ соответствуют в одном возможном варианте независимо один от другого указанным для R² возможным и предпочтительным вариантам. Еще более предпочтительно R¹³ в этом варианте выбирают из метила, этила, гексила, октила, децила, додецила.

20 Возможные и предпочтительные варианты для R¹⁴ соответствуют в одном возможном варианте независимо один от другого указанным для R² возможным и предпочтительным вариантам. Еще более предпочтительно R¹⁴ в этом варианте выбирают из метила, этила.

e означает независимо один от другого 0, 1 или 2, предпочтительно 0.

25 f означает 3-е, то есть f может принимать значения 1, 2 или 3, причем 3 предпочтительно.

30 Указанные радикалы R⁴ могут быть при необходимости функционализированы. Подходящие функциональные группы выбирают, например, из amino-, амидо-, имидо-, гидроксо-групп, простых эфирных, альдегидных групп, кето-, карбокси-групп, тиольных, тиоэфирных, гидроксаматных или карбаматных групп. Указанные радикалы R⁴ могут быть однократно или многократно функционализированными. При многократном функционализировании одна функциональная группа может быть многократно представлена, или одновременно представлены различные функциональные группы.

35 Указанные для R⁴ радикалы могут, кроме того, быть однократно или многократно замещенными указанными алкильными, алкенильными, алкинильными, арильными, алкиларильными, арилалкильными, гетероалкильными или гетероарильными радикалами.

Еще более предпочтительными радикалами R⁴ являются метил и этил.

40 „Независимо один от другого" означает в рамках данного изобретения, что в том случае, когда в соединении общей формулы (II) присутствует несколько радикалов R⁴, эти радикалы могут быть одинаковыми или различными.

45 Для радикалов R⁵, R⁶, R⁷ и R⁸ справедливо независимо один от другого сказанное относительно радикалов R³ и R⁴. Более предпочтительно радикалы R⁵, R⁶, R⁷ и R⁸ независимо один от другого выбирают из метила или этила.

В соединении общей формулы (I) n означает, как правило, 1, 2 или 3. Предпочтительно n означает 1 или 2 в соединении общей формулы (I). Более предпочтительно n означает

1 в соединении общей формулы (I) 1.

В связи с этим данное изобретение предпочтительно относится к смеси согласно данному изобретению, причем в соединении общей формулы (I) n означает 1 или 2, более предпочтительно означает 1.

5 В полисилоксанах общей формулы (II) m, o или p независимо один от другого означают, как правило, от 1 до 500, предпочтительно от 1 до 50, более предпочтительно от 1 до 20.

Более предпочтительные согласно данному изобретению соединения общей формулы (I) выбирают из группы, включающей [2-(3-циклогексенил)этил]триметоксисилан, 10 триметокси(7-октен-1-ил)силан, изо-октилтриметоксисилан, N-(3-триэтоксисилилпропил)метоксиэтоксиэтоксиэтилкарбамат, N-(3-триэтоксисилилпропил)метоксиэтоксиэтоксиэтилкарбамат, 3-(метакрилоилокси)пропилтриметоксисилан, аллилтриметоксисилан, 3-акрилоилоксипропилтриметоксисилан, 3-(метакрилоилокси)пропил-триэтоксисилан, 3-(метакрилоилокси)пропилметилдиметоксисилан, 3-акрилоилоксипропил)метилдиметоксисилан, 3-(метакрилоилокси)-пропилдиметилэтоксисилан, 3-(метакрилоилокси)пропилдиметил-этоксисилан, 20 винилдиметил-5-этоксисилан, фенилтриметоксисилан, n-октилтриметоксисилан, додецилтриметоксисилан, изо-октилтриметоксисилан, октадецилтриметоксисилан, пропилтриметоксисилан, гексилтриметоксисилан, винилметилдиацетоксисилан, винилметил-диэтоксисилан, винилтриацетоксисилан, винилтриэтоксисилан, винилтриизопропоксисилан, винилтриметоксисилан, винилтрифенокси-силан, винилтри-трет-бутоксисилан, винилтриизобутоксисилан, винил-трис-изопропенноксисилан, винил-трис-(2-метоксиэтокси)силан, стирилэтилтриметоксисилан, меркаптопропилтриметоксисилан, 3-глицидоксипропилтриметоксисилан, гептаметил 25 (2-[трис(2-метоксиэтокси)сिलил]этил)трисилоксан и их смеси.

Предпочтительный согласно данному изобретению класс полисилоксанов общей формулы (II), соответственно, полисилоксанов общей формулы (I), содержащих группы общей формулы (IIa) представляют полидиметилсилоксаны, которые, например, содержат концевые метокси- и/или этокси-группы.

30 Взаимодействие указанных частиц окидов металлов и полуметаллов с соединениями общей формулы (I) или полисилоксанами общей формулы (II), соответственно, с полисилоксанами общей формулы (I), содержащими группы общей формулы (IIa) можно проводить известными специалистам способами, например, приведением в контакт субстратов в растворителе, например, в толуоле или воде, при температуре в 35 интервале от комнатной температуры до температуры кипения растворителя. После обычной переработки можно получить продукт взаимодействия частиц окидов металлов и полуметаллов с соединениями общей формулы (I) или полисилоксанами общей формулы (II), соответственно, с полисилоксанами общей формулы (I), содержащими группы общей формулы (IIa).

40 При этом на первой стадии происходит гидролиз простого кремниевого эфира ($\text{Si-OR} + \text{H}_2\text{O}$) с получением силанола ($\text{Si-OH} + \text{ROH}$), после этого на второй стадии происходит конденсация поверхностных гидроксильных групп с силанолом с образованием продукта ($\text{Si-OH} + \text{M-OH} \rightarrow \text{Si-O-M} + \text{H}_2\text{O}$). Согласно данному изобретению могут в указанных 45 кремнийсодержащих соединениях гидролизоваться только SiOR^2 , тогда как R^1 , R^3 и все другие указанные радикалы не могут быть гидролизованы.

Гидролиз алкоксисиланов можно ускорить понижением pH-значения раствора путем добавления кислоты. Эту стадию можно провести, как перед тем как смешивают силаны

с частицами оксида металла или полуметалла, так и после смешивания. В последнем случае рН-значение и кислоту выбирают предпочтительно такими, чтобы они не воздействовали на частицы оксида. При этом предпочтительно применение уксусной кислоты или азотной кислоты. Далее предпочтительно устанавливать рН-значение от 3 до 4. При определенных обстоятельствах во время реакции меняется рН-значение реакционной смеси. В этом случае имеет смысл рН-значение для завершения фиксирования на поверхности частиц снова установить до значения от 3 до 4. Дальнейшего ускорения реакции можно добиться в результате работы при более высокой температуре, предпочтительно вблизи температуры кипения растворителя.

После достижения желательного уровня реакции можно отделить твердое вещество или фильтрованием, или аналогичными известными специалистам способами от раствора, предпочтительно высушить при пониженном давлении и/или повышенной температуры.

При потребности затем повышают степень конденсации гидроксичастиц и тем самым повышают их сшивание, проводя последующую температурную обработку. При этом надо принимать во внимание, что эту температуру выбирают такой, чтобы все реакционные партнеры при заданных условиях еще оставались стабильными. Особенно подходящими при этом температурами оказались температуры выше комнатной температуры, например, вплоть до 200°C, предпочтительно вплоть до 160°C.

Предпочтительно образующуюся при конденсации воду удаляют из реакционной зоны.

Другая возможность приведения силанового реагента в контакт с частицами оксидов металлов и полуметаллов состоит в набрызгивании раствора реагента на твердое вещество. Предпочтительно для этого алкоксисиланы уже в растворе переводят в силанолы. Преимущество такого действия состоит в том, что на стадии сушки меньше растворителя подлежит испарению. Обработку после сушки можно проводить, как описано выше.

В связи с этим данное изобретение также относится к способу получения частицы, модифицированной на поверхности, как описано выше, путем приведения в контакт подлежащей модифицированию частицы оксида металла или полуметалла с соединением общей формулы (I) или с полисилоксанами общей формулы (I), содержащими группы общей формулы (IIa), как описано выше.

Данное изобретение предпочтительно относится к способу данного изобретения, причем приведение в контакт подлежащей модифицированию частицы оксида металла или полуметалла с соединением общей формулы (I) или с полисилоксанами общей формулы (I), содержащими группы общей формулы (IIa), как описано выше, осуществляют путем набрызгивания.

Данное изобретение далее предпочтительно относится к способу данного изобретения, причем реакцию ускоряют путем задания рН-значения, предпочтительно путем добавления кислоты.

Данное изобретение далее предпочтительно относится к способу данного изобретения, причем после сушки продукта следует температурная обработка, предпочтительно вплоть до температуры 160°C.

Данное изобретение далее предпочтительно относится к способу данного изобретения, причем приведение в контакт путем набрызгивания соединений общей формулы (I) или полисилоксанов общей формулы (I), содержащих группы общей формулы (IIa), как описано выше, происходит на подлежащие модифицированию частицы оксида металла или полуметалла.

Стабильная смесь согласно данному изобретению содержит, наряду с указанными

функционализированными частицами оксида металла или полуметалла, как минимум, один растворитель, как минимум, одно поверхностно-активное вещество или их смесь.

Согласно изобретению было неожиданно открыто, что продукты взаимодействия согласно данному изобретению, то есть функционализированные на поверхности частицы оксида металла или полуметалла, особенно стабильны в смесях с растворителями и/или поверхностно-активными соединениями, то есть не происходит отщепления присоединенных на поверхности кремниевых соединений.

Присутствующий в смеси согласно данному изобретению, как минимум, один растворитель предпочтительно выбирают из группы, включающей ароматические углеводороды, например, бензол, толуол, ксилол, спирты, например, метанол, этанол, пропанола, такие как н-пропанол, изо-пропанол, бутанола, такие как н-бутанол, изо-бутанол, трет-бутанол, простые эфиры, такие как диэтиловый эфир, метил-трет-бутиловый эфир, изо-бутил-трет-бутиловый эфир, циклические простые эфиры, такие как тетрагидрофуран, диоксан, сложные эфиры, циклические сложные эфиры, алканы, такие как гексан, циклоалканы, такие как циклогексан, олефины, циклоолефины, воду и их смеси. В том случае, когда применяют смеси растворителей согласно данному изобретению, то предпочтительно применяют растворители, которые полностью смешиваются между собой, то есть при смешивании образуют одну фазу.

В связи с этим данное изобретение предпочтительно относится к смеси согласно данному изобретению, причем как минимум, один растворитель выбирают из группы, включающей ароматические углеводороды, например, бензол, толуол, ксилол, спирты, например, метанол, этанол, пропанола, такие как н-пропанол, изо-пропанол, бутанола, такие как н-бутанол, изо-бутанол, трет-бутанол, простые эфиры, такие как диэтиловый эфир, метил-трет-бутиловый эфир, изо-бутил-трет-бутиловый эфир, циклические простые эфиры, такие как тетрагидрофуран, диоксан, сложные эфиры, циклические сложные эфиры, алканы, такие как гексан, циклоалканы, такие как циклогексан, олефины, циклоолефины, воду и их смеси.

Смесь согласно данному изобретению в одном из предпочтительных вариантов изобретения проявляет себя устойчиво в способах, при которых модифицированные на поверхности частицы приводят в контакт с особенно большими количествами растворителя.

В смеси согласно данному изобретению содержание твердого вещества составляет, как правило, вплоть до 70 вес. процентов, предпочтительно вплоть до 60 вес. процентов. Из этого следует, что минимальное содержание растворителя в смеси согласно данному изобретению, как правило, составляет, как минимум, 30 вес. процентов, предпочтительно, как минимум, 40 вес. процентов, то есть, как правило, от 30 до 99,9 вес. процентов, предпочтительно от 40 до 99,9 вес. процентов растворителя. Согласно изобретению под содержанием твердого вещества понимают содержание модифицированных на поверхности частиц согласно данному изобретению и при необходимости других наличных твердых частиц.

Присутствующее в смеси согласно данному изобретению, как минимум, одно поверхностно-активное вещество предпочтительно выбирают из группы, включающей неионные, анионные, катионные или цвиттерионные поверхностно-активные вещества и их смеси.

К предпочтительным примерам неионных поверхностно-активных веществ согласно данному изобретению относятся простые эфиры жирных спиртов с полигликолями, в частности, простые эфиры жирных спиртов с полиэтиленгликолями.

К предпочтительным примерам анионных поверхностно-активных веществ согласно

данному изобретению относятся алкилбензол-сульфонаты, вторичные алкансульфонаты, α -олефинсульфонаты, сульфаты жирных спиртов или сульфаты эфиров жирных спиртов.

К предпочтительным примерам неионных поверхностно-активных веществ согласно данному изобретению относятся стеарилтриметил-аммониевые соли.

5 К предпочтительным примерам цвиттерионных поверхностно-активных веществ согласно данному изобретению относятся сультаины, жирной кислоты амидоалкилгидрокси-сультаин или алкилбетаины.

Особенно предпочтительными согласно данному изобретению поверхностно-активными веществами являются натрий-алкилфенолэфирсульфаты.

10 В смеси согласно данному изобретению, как минимум, одно поверхностно-активное вещество представлено, как правило, в количестве от 0,001 до 20 вес. процентов, предпочтительно, от 0,01 до 15 вес. процентов, более предпочтительно от 0,1 до 10 вес. процентов, в каждом случае в пересчете на всю смесь. В том случае, когда согласно изобретению присутствует, как минимум, одно поверхностно-активное вещество, то
15 указанное выше количество соответственно подгоняют к, как минимум, одному растворителю.

Функционализированные на поверхности частицы оксида металла или полуметалла представлены в смеси согласно данному изобретению в количестве от 0,1 до 70 вес. процентов, предпочтительно от 0,1 до 60 вес. процентов.

20 В том случае, когда в смеси согласно данному изобретению при необходимости присутствуют дополнительные твердые вещества, то указанное выше количество функционализированных на поверхности частиц оксида металла или полуметалла соответственно подгоняется.

Во всех возможных вариантах суммируются количества функционализированных
25 на поверхности частиц оксида металла или полуметалла, как минимум, одного растворителя, при необходимости присутствующего поверхностно-активного вещества и при необходимости присутствующих дополнительных твердых веществ, давая общую сумму 100 вес. процентов.

Наряду с функционализированными частицами, как минимум, одним растворителем
30 и/или, как минимум, одним поверхностно-активным веществом в смеси согласно данному изобретению могут присутствовать другие компоненты, например, оксидные или металлические твердые вещества и другие гидрофобные компоненты. Общая сумма количеств компонентов, присутствующих в смеси согласно данному изобретению, составляет в каждом случае 100 вес. процентов.

35 В смеси согласно данному изобретению отношение массы растворителя к массе модифицированных частиц составляет, как правило, более 500, предпочтительно более 1000, более предпочтительно более 5000, еще более предпочтительно более 10000.

В рамках данного изобретения понятие „стабильная смесь" означает, что находящиеся в смеси функционализированные на поверхности частицы оксида металла или
40 полуметалла не испытывают изменений в смеси, то есть присутствующие на поверхности силильные группы не удаляются с поверхности частиц оксида металла или полуметалла, например, путем гидролиза, так что смесь согласно данному изобретению как целое не изменяется или только очень мало изменяется. Тот факт, что смесь, содержащая модифицированные на поверхности частицы, стабильна по смыслу данного изобретения,
45 может быть показан, например, в результате того, что соответствующие частицы, которые в смеси согласно данному изобретению находятся в контакте с растворителем и/или поверхностно-активным веществом, остаются химически и/или физически неизменными. Это можно установить, например, с помощью элементного анализа или

определения гидрофобных свойств, например, путем определения плавучести или контактного угла.

5 Данное изобретение также относится к способу обработки модифицированных на поверхности частиц согласно данному изобретению, как минимум, одним растворителем, причем отношение массы растворителя к массе модифицированных частиц составляет более чем 500.

Что касается модифицированных на поверхности частиц и растворителей, то в случае способа согласно данному изобретению для них справедливо сказанное выше относительно смеси согласно данному изобретению.

10 В способе согласно данному изобретению отношение массы, как минимум, одного растворителя к массе модифицированных на поверхности частиц составляет, как правило, более чем 500, предпочтительно более чем 1000, более предпочтительно более чем 5000, еще более предпочтительно более чем 10000.

15 При этом способе согласно данному изобретению модифицированные на поверхности частицы согласно данному изобретению приводят в контакт с относительно большим количеством растворителя, то есть обрабатывают. Соответствующие системы данного изобретения, в которых может происходить эта обработка, представляют собой, например, движущиеся в виде потока системы, в которых модифицированные на поверхности частицы согласно данному изобретению, например, при непрерывных
20 способах приводятся в контакт с дополнительными веществами, частицам, материалами и т.п., например, непрерывные способы для агломерации с дополнительными веществами, частицами, материалами и т.п. в растворе или дисперсии. Способ согласно данному изобретению также относится к деагломерации агломератов из модифицированных на поверхности частиц согласно данному изобретению и
25 дополнительных веществ, частиц или материалов, или агломератов модифицированных на поверхности частиц между собой, например, также в движущихся в виде потока системах.

Данное изобретение также относится к применению модифицированных на поверхности частиц согласно данному изобретению в системах, в которых
30 модифицированные частицы приводят в контакт с, как минимум, одним растворителем, причем отношение массы растворителя и массы модифицированных на поверхности частиц составляет более чем 500.

Относительно модифицированных на поверхности частиц и растворителей справедливо сказанное выше относительно смеси согласно данному изобретению.

35 Отношение массы, как минимум, одного растворителя и массы модифицированных на поверхности частиц при этом составляет, как правило, более чем 500, предпочтительно более чем 1000, более предпочтительно более чем 5000, еще более предпочтительно более чем 10000.

40 При этом применении согласно данному изобретению модифицированные на поверхности частицы согласно данному изобретению приводят в контакт с относительно большим количеством растворителя. Соответствующие системы данного изобретения, в которых может происходить это приведение в контакт, представляют собой, например, движущиеся в виде потока системы, в которых модифицированные на поверхности частицы согласно данному изобретению, например, в непрерывных способах приводятся
45 в контакт с дополнительными веществами, частицам, материалами и т.п., например, непрерывные способы агломерации с дополнительными веществами, частицами, материалами и т.п. в растворе или дисперсии. Способ согласно данному изобретению также относится к деагломерации агломератов из модифицированных на поверхности

частиц согласно данному изобретению и дополнительных веществ, частиц или материалов, или агломератов модифицированных на поверхности частиц между собой, например, также в движущихся в виде потока системах.

5 Данное изобретение также относится к применению модифицированных на поверхности частиц согласно данному изобретению, в частности, магнитных частиц в циклах агломерации-деагломерации.

И в случае этого применения для модифицированных на поверхности частиц и растворителей справедливо сказанное выше относительно смесей согласно данному изобретению.

10 Под циклом агломерации-деагломерации понимают согласно данному изобретению такой способ, при котором функционализированные на поверхности частицы согласно данному изобретению, в частности, магнитные частицы приводят в контакт между собой или с другими частицами, веществами, материалами и т.п. в растворе или дисперсии и в результате гидрофобных взаимодействий, ионных, ван-дер-Ваальсовых
15 взаимодействий и/или других притягивающих сил образуются агломераты. Эти агломераты затем перерабатывают дополнительными способами, например, отделяют от других компонентов и/или от раствора или дисперсии. После этой дополнительной переработки агломераты снова разделяют, то есть деагломерируют, так что функционализированные на поверхности частицы и другие частицы, вещества, материалы
20 и т.п. снова оказываются в индивидуальном виде (деагломерация). К примерам предпочтительных согласно данному изобретению циклов агломерации-деагломерации относятся химические, физические или биологические способы тестирования или разделения, способы очистки грунта, загрязненного тяжелыми металлами, очистки воды, переработки электроскрапа для вторичного применения или разделения под
25 действием силы тяжести.

В химических и биологических способах тестирования и разделения применяют, например, специальные модифицированные магнитные наночастицы, которые содержат на своей поверхности анкерные группы для специального антигена или вируса, например, боррелия (*Borrelia*), HIV, гепатита. Эти специальные анкерные группы
30 соответствуют при этом, в частности, указанной выше группе R¹, которая в зависимости от соответствующей задачи разделения или тестирования устроена соответствующим образом, например в результате присутствия указанных выше функциональных групп. В результате связывания этих антигенов / вирусов с модифицированной поверхностью частиц (агломерация) можно эти компоненты в результате магнитного разделения
35 отделить от раствора и соответствующим образом идентифицировать. Восстановление для вторичного применения функционализированных магнитных частиц происходит с помощью поверхностно-активных веществ, которые разрушают электростатическое, адгезивное или Ван-дер-Ваальсовское взаимодействие между функционализированными магнитными частицами и антигенами/вирусами (деагломерация). Таким путем можно
40 подготовить для вторичного применения дорогостоящие функционализированные магнитные частицы.

При очистке воды можно применять модифицированные частицы согласно данному изобретению, в частности, магнитные частицы. Для этого можно применять, например,
45 функционализированные магнитные частицы, которые удаляют из воды органические компоненты, взвешенные вещества и капельки жира, в которых происходит гидрофобная агломерация между функционализированной магнитной частицей и гидрофобным загрязнением. Эти гидрофобные агломераты могут быть отделены магнитным разделением. Для того чтобы очистка воды была экономичной, имеет смысл

гидрофобные магнитные частицы освободить от загрязнений и повторно использовать в кругообороте. Это освобождение от загрязнений проводят путем деагломерации с помощью специального поверхностно-активного вещества и/или с помощью специального растворителя, соответственно, смеси растворителей.

5 Переработку электроскрапа для вторичного применения можно проводить, например, путем магнитного обратного извлечения ценных веществ (Ir, Pt, Ru) из электроскрапа, причем опять можно предпочтительно применять модифицированные магнитные частицы, которые - после гидрофобирования подлежат выделению ценных веществ -
10 агломерируют с ними и могут быть отделены. После проведения отделения полученные агломераты снова деагломерируют, так что модифицированные магнитные частицы можно опять применять.

Другим примером является разделение под действием силы тяжести, например, с помощью известных специалистам циклонов. С их помощью можно отделить более плотные компоненты от менее плотных компонентов под воздействием силы тяжести.
15 В том случае, когда отдельные компоненты только незначительно различаются по их плотности, например, Pt-легированный гематит и нелегированный гематит, можно плотность подлежащего отделению компонента увеличить путем агломерирования с дополнительным компонентом. В качестве модифицированной частицы при этом, например, Pt-легированный гематитовый компонент гидрофобируют согласно данному
20 изобретению, так что после добавления гидрофобированного сульфата бария образуется агломерат из модифицированного гематита и сульфата бария, который показывает большее различие по плотности относительно нелегированного гематита. После проведения разделения можно агломерат опять деагломерировать.

Данное изобретение в связи с этим также предпочтительно относится к применению
25 согласно данному изобретению, причем цикл агломерации-деагломерации представляет собой химический, физический или биологический способ тестирования или разделения, способы очистки воды, очистки загрязненного тяжелыми металлами грунта, переработки электроскрапа для вторичного применения или разделения под действием силы тяжести.

Преимущество согласно данному изобретению состоит в том, что модифицированные
30 на поверхности частицы согласно данному изобретению стабильны при условиях агломерации и прежде всего при условиях деагломерации, и поэтому предпочтительно могут быть вновь использованы.

Примеры

Пример 1: Общие способы

35 Пример 1.1: Многократная обработка твердого вещества раствором поверхностно-активного вещества

10 г твердого вещества помещают в 1 л 0,2 вес. процентного раствора лутенсита А-ES фирмы BASF SE (смесь натрий-алкилфенолэфирсульфатов) в воде при комнатной температуре и перемешивают в течение 2 часов. Затем отфильтровывают твердое
40 вещество и промывают 1 л воды, 100 мл этанола и 100 мл ацетона. Фильтровальный остаток сушат при температуре 120°C в течение 4 часов в вакууме. Затем отбирают пробы для анализа. Для нового промывания используют оставшийся продукт.

Пример 1.2: Быстрый тест на плавучесть в воде

В стаканчик для пробы объемом 5 мл наливают 3 мл воды. Затем шпателем
45 осторожно кладут на поверхность воды подлежащее исследованию твердое вещество. После этого наблюдают за тем, потонет ли твердое вещество или будет длительно плавать. В случае плавающих твердых веществ закрытый стаканчик встряхивают в течение 10 секунд. А после этого наблюдают за тем, всплывет ли снова твердое вещество

или останется под водой.

Пример 1.3: Измерение контактного угла

Измерение контактного угла на порошках:

Контактный угол измеряют на стандартном приборе (Dropshape Analysis Instrument, фирмы Kruss DAS 10). Картинку тени одной капли снимают на CCD-камеру и форму капли определяют с помощью поддержанного компьютером анализа картинки.

Измерения проводят если по-другому не оговорено, как описано в стандарте DIN 5560-2.

а) Получение гомогенного слоя порошка

Порошок магнетита наносят слоем толщиной около 1 мм вместе с 100 мкм толстой дисперсией BASF-Acronal-V215-клея на PET-фольгу. Используя шпатель, порошок вдавливают в клей и не прилипший, избыточный материал удаляют встряхиванием. В заключение оставшийся слабо связанный материал удаляют обдуванием пробы очищенным азотом под давлением. Этот способ дает чистую, гомогенную поверхность порошка по всей площади субстрата 75 мм×25 мм.

Поверхности порошка показывают нормальным образом определенную шероховатость и контактный угол, соответственно, его измерение являются в связи с этой шероховатостью чувствительными. В связи с этим прямое сравнение гидрофобности можно проводить только для порошков с одинаковым распределением частиц по размерам и форме частиц. Тщательные анализы поверхности с применением прибора ToF-SIMS показали, что поверхность полученного этим способом слоя порошка не обнаруживает следов клея и является репрезентативной для порошка.

б) Динамическое, прогрессирующее измерение контактного угла

Один миллилитр воды помещают в виде капли на поверхности, и непрерывно добавляют по 2 мкл/мин воды. Непрерывно добавляют таким образом 20 мкл объема жидкости. Исходя от минимального объема около 3 мкл, измеряют контактные углы, в то время как игла для впрыскивания, которую применяют для дозирования, остается в капле. Измерение контура проводят со скоростью около 0,5 Гц, определение проводят тангенциальным методом, для того чтобы определить контактный угол, который находится непосредственно на контактной линии трех фаз. Эти контактные углы усредняют по времени, для каждой пробы измеряют пять прогрессирующих капель в разных положениях и определяют среднее значение со стандартными отклонениями.

Пример 1.4: Опыты по вторичному применению

Был предпринят опыт с одним из соответствующих примеров гидрофобированного магнетита в качестве вторично применяемого носителя для очистки грунтов, загрязненных тяжелыми металлами. Для этого 3 г магнетита диспергируют в систему, которая содержит 100 г песочной смеси (содержание твердого вещества: 1 вес. процент). Эта песочная смесь содержит до 99 вес. процентов неорганических силикатных компонентов (например, полевой шпат, слюда, кошачье золото) и до 1 вес. процента особых гидрофобированных неорганических As-содержащих загрязнений (энаргиты). Гидрофобирование этих неорганических загрязнений проводят с помощью бутилксантата. После интенсивного перемешивания гидрофобированного магнетита с этой песочной смесью компонент, содержащий мышьяк, отделяют с помощью гидрофобной флокуляции вместе с магнетитом. Гидрофобные компоненты собирают и обрабатывают 0,1 вес. процентным раствором поверхностно-активного вещества (лутенсит А-ES фирмы BASF SE). На следующей стадии магнитного разделения отделяют магнитные компоненты от не магнитных As-содержащих загрязнений. Гидрофобный магнетит промывают 1:1 - смесью воды и EtOH, отфильтровывают и снова смешивают

со вновь приготовленной песочной смесью. Процесс повторяют всего десять раз.

Пример 2: Получение гидрофобированного магнетита

Пример 2.1: С помощью ${}^n\text{OctSi}(\text{OMe})_3$ силанизированный магнетпигмент 345 фирмы BASF SE (согласно данному изобретению)

Синтез: К раствору, состоящему из 370 мг ${}^n\text{OctSi}(\text{OMe})_3$ (97-процентный, фирмы ABCR) в 30 мл толуола добавляют 10 г магнетпигмента 345 (магнетит $\text{Fe}^{\text{II}}(\text{Fe}^{\text{III}})_2\text{O}_4$) фирмы BASF SE. Затем к раствору добавляют 1 мл 25-процентной уксусной кислоты. Через 4 часа нагревания при условиях рефлюкса отфильтровывают твердое вещество и промывают 5 мл ацетона и 1 л дистиллированной воды.

Продукт сушат в течение ночи при температуре 120°C и в вакууме. Высушенный продукт после предварительного измельчения протирают через сито для анализа (400 мкм) и тем самым деагломерируют и гомогенизируют.

Аналитика:

Тест на плавучесть: свежее и десятикратно промытое твердое вещество плавает равным образом на воде (и после встряхивания);

элементный анализ: свежее 0,12% C, 0,06% Si, десятикратно промытое 0,12% C, 0,06% Si;

контактный угол: свежее 152° , десятикратно промытое 146° ;

Опыт с вторичным применением: если детектируют выход As-компонента, то при применении магнетпигмента 345, силанизированного с помощью ${}^n\text{OctSi}(\text{OMe})_3$ фирмы BASF SE, он падает от 95% в первом цикле до 91% в десятом цикле.

Пример 2.2: С помощью ${}^n\text{HexSi}(\text{OMe})_3$ силанизированный магнетпигмент 345 фирмы BASF SE (согласно данному изобретению)

Синтез: Синтез проводят согласно описанной в примере 2.1 схеме. Разумеется, используют 330 мг ${}^n\text{HexSi}(\text{OMe})_3$ (97-процентного, фирмы ABCR) в качестве силанизирующего реагента.

Аналитика:

Тест на плавучесть: свежее и десятикратно промытое твердое вещество плавает равным образом на воде (и после встряхивания);

элементный анализ: свежее 0,08% C, 0,05% Si, десятикратно промытое 0,07% C, 0,05% Si;

контактный угол: свежее 156° , десятикратно промытое 152° .

Пример 2.3: С помощью ${}^n\text{BuSi}(\text{OMe})_3$ силанизированный магнетпигмент 345 фирмы BASF SE (согласно данному изобретению)

Синтез: Синтез проводят согласно описанной в примере 2.1 схеме. Разумеется, используют 290 мг ${}^n\text{BuSi}(\text{OMe})_3$ (97-процентного, фирмы ABCR) в качестве силанизирующего реагента.

Аналитика:

Тест на плавучесть: свежее и десятикратно промытое твердое вещество плавает равным образом на воде (и после встряхивания);

элементный анализ: свежее 0,06% C, 0,05% Si, десятикратно промытое свежее 0,07% C, 0,05% Si;

контактный угол: свежее 146° , десятикратно промытое 133° .

Пример 2.4: С помощью ${}^n\text{OctSi}(\text{OMe})_3$ силанизированный магнетпигмент 345 фирмы BASF SE (согласно данному изобретению)

Синтез: Синтез проводят согласно описанной в примере 2.1 схеме. Разумеется, используют воду вместо толуола в качестве растворителя. Воду с помощью 25-процентной уксусной кислоты устанавливают на значение pH 3,5.

Аналитика:

Тест на плавучесть: свежее и десятикратно промытое твердое вещество плавает равным образом на воде (и после встряхивания);

элементный анализ: свежее 0,10% C, 0,06% Si, десятикратно промытое 0,10% C, 0,04% Si;

контактный угол: свежее 155° , десятикратно промытое 148° .

Опыт с вторичным применением: если детектируют выход As-компонента, то при применении магнетпигмента 345 силанизированного с помощью ${}^n\text{OctSi}(\text{OMe})_3$ выход падает от 94% в первом цикле только до 92% в десятом цикле.

Пример 2.5: С помощью ${}^n\text{OctSi}(\text{OMe})_3$ силанизированный магнетпигмент 345 фирмы BASF SE (согласно данному изобретению)

Синтез: В растворе 370 мг ${}^n\text{OctSi}(\text{OMe})_3$ (97-процентный, фирмы ABCR) в 5 мл воды с помощью 25-процентной уксусной кислоты устанавливают значение pH 3,5 и перемешивают в течение 60 минут при комнатной температуре. Затем этот раствор набрызгивают на 10 г магнетпигмента 345 (магнетит $\text{Fe}^{\text{II}}(\text{Fe}^{\text{III}})_2\text{O}_4$) фирмы BASF SE, причем твердое вещество постоянно перемешивают. Продукт сушат при температуре 120°C в течение 2 часов в вакууме. После этого реакцию завершают, нагревая при температуре 160°C в течение 12 часов. Полученный продукт после предварительного измельчения протирают через сито для анализа (400 мкм) и тем самым деагломерируют и гомогенизируют.

Аналитика:

Тест на плавучесть: свежее и десятикратно промытое твердое вещество плавает равным образом на воде (и после встряхивания);

контактный угол: свежее 151° , десятикратно промытое 154° .

Пример 3: Примеры для сравнения

Пример для сравнения 3.1: Имеющийся в продаже гидрофобный магнетит байоксид E8707 H фирмы Lanxess (не согласно изобретению)

Аналитика:

Тест на плавучесть: свежее твердое вещество плавает на воде и после встряхивания, дважды промытое твердое вещество уже не плавает;

элементный анализ: свежее 0,10% C, 0,05% Si, десятикратно промытое 0,03% C, 0,01% Si;

контактный угол: свежее 158° , десятикратно промытое 116° .

Вторичное применение: Опыты для сравнения с уже гидрофобированным магнетитом фирмы Lanxess (продукт: байоксид E8707 H) приводят уже после четвертого цикла к драматической потере выхода до выше 40%. Опыты с этим продуктом после этого прекращают.

Пример для сравнения 3.2: С помощью ${}^n\text{OctMe}_2\text{SiCl}$ силанизированный магнетпигмент 345 фирмы BASF SE (не согласно изобретению)

Синтез: В атмосфере защитного газа суспендируют 10 г магнетпигмента 345 фирмы

BASF SE в 20 мл толуола. Суспензию нагревают до температуры 70°C, а после этого добавляют 0,3 г "OctMe₂SiCl (97-процентного, фирмы ABCR). Реакционную смесь после этого выдерживают при перемешивании в течение 4 часов при температуре 70°C. Затем отфильтровывают твердое вещество, и промывают вначале 50 мл толуола, затем 50 мл метанола и затем водой до отсутствия хлора в промывной воде. Продукт сушат при температуре 120°C в условиях вакуума в течение 4 часов. Высушенный продукт после предварительного измельчения протирают через сито для анализа (400 мкм) и тем самым деагломерируют и гомогенизируют.

Аналитика:

Тест на плавучесть: твердое вещество плавает в воде (и после встряхивания), один раз промытое твердое вещество уже не плавает в воде;

элементный анализ: свежее 0,10% C, 0,06% Si, десятикратно промытое 0,06% C, 0,04% Si;

контактный угол: свежее 148°, однократно промытое 120°, десятикратно промытое 98°.

Пример для сравнения 3.3: С помощью ⁿBuMe₂SiCl силанизированный магнетпигмент 345 фирмы BASF SE (не согласно изобретению)

Синтез: Синтез проводят согласно описанной в примере 2.1 схеме. Разумеется,

применяют 0,3 г ⁿBuMe₂SiCl (97-процентного фирмы ABCR) в качестве силанизирующего реагента.

Аналитика:

Тест на плавучесть: твердое вещество плавает в воде (но не после встряхивания), один раз промытое твердое вещество уже не плавает в воде;

элементный анализ: свежее 0,09% C, 0,06% Si, десятикратно промытое 0,03% C, 0,02% Si;

контактный угол: свежее 103°, десятикратно промытое 89°.

Пример для сравнения 3.4: С помощью октилфосфоновой кислоты гидрофобированный магнетпигмент 345 фирмы BASF SE (не согласно изобретению)

Синтез: В аппарат, который состоит из 12 л пластмассового ведра со сливным отверстием в качестве реактора с перемешиванием, оснащенного металлической мешалкой, помещают 8,0 кг воды. После этого додозировывают 2 кг магнетпигмента 345 фирмы BASF SE и скорость перемешивания металлической мешалки выбирают такой, чтобы не происходило осаждение пигмента и в то же время, чтобы не всасывался воздух (не образуется шапка пены). Затем добавляют одной порцией 12,5 г n-октилфосфоновой кислоты (ОФС, 80-процентной) фирмы Albright & Wilson и все введенные вещества тщательно перемешивают в течение 1,5 часов на воздухе при комнатной температуре. После завершения времени перемешивания суспензию помещают в фарфоровый фильтр Нутче (d=24 см с бумажным фильтром MN 85/90 фирмы Macherey-Nagel). Трещины образовавшиеся в фильтровальном остатке для улучшения промывания затирают. В течение ночи сушат в сушильном шкафу с вентиляцией при температуре около 110°C. Высушенный продукт после предварительного измельчения протирают через сито для анализа (400 мкм) и тем самым деагломерируют и гомогенизируют.

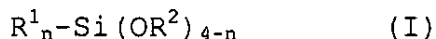
Аналитика:

элементный анализ: в конечном продукте 0,06% P.

Опыт с вторичным применением: Уже после третьего цикла детектируется только недостаточный выход As-содержащих загрязнений менее 50%. Опыты после этого прекращают.

Формула изобретения

1. Стабильная смесь, содержащая модифицированные на поверхности частицы, которые получают при взаимодействии частиц оксида металла, причем применяемый оксид металла выбирают из группы, включающей оксиды металлов Mn, Fe, Co, Ni, Cu, их комбинации и смешанные оксиды этих металлов как минимум с одним щелочноземельным металлом, как минимум с одним соединением общей формулы (I)

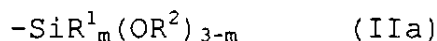


в которой R^1 , R^2 и n имеют следующие значения:

R^1 независимо один от другого означают водород, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_1 - C_{30})-алкил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{30})-алкенил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{30})-алкинил, при необходимости функционализированный (C_3 - C_{20})-циклоалкил, при необходимости функционализированный (C_3 - C_{20})-циклоалкенил, при необходимости функционализированный (C_1 - C_{20})-гетероалкил, при необходимости функционализированный (C_5 - C_{22})-арил, при необходимости функционализированный (C_6 - C_{23})-алкиларил, при необходимости функционализированный (C_6 - C_{23})-арилалкил, при необходимости функционализированный (C_5 - C_{22})-гетероарил,

R^2 независимо один от другого означают водород, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_1 - C_{30})-алкил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{20})-алкенил, линейный или разветвленный, при необходимости функционализированный (C_2 - C_{20})-алкинил, при необходимости функционализированный (C_3 - C_{20})-циклоалкил, при необходимости функционализированный (C_3 - C_{20})-циклоалкенил, при необходимости функционализированный (C_1 - C_{20})-гетероалкил, при необходимости функционализированный (C_5 - C_{22})-арил, при необходимости функционализированный (C_6 - C_{23})-алкиларил, при необходимости функционализированный (C_6 - C_{23})-арилалкил, при необходимости функционализированный (C_5 - C_{22})-гетероарил,

и/или группу общей формулы (IIa)



причем R^1 и R^2 независимо один от другого имеют значения, приведенные выше, и m независимо один от другого означает 0, 1, 2 или 3,

n означает 1, 2 или 3,

и как минимум один растворитель, как минимум одно поверхностно-активное вещество или их смесь.

2. Смесь по п. 1, отличающаяся тем, что отношение массы растворителя к массе модифицированной частицы больше чем 500.

3. Смесь по п. 1 или 2, отличающаяся тем, что в соединении общей формулы (I) n означает 1 или 2, предпочтительно 1.

4. Смесь по п. 1 или 2, отличающаяся тем, что в соединении общей формулы (I) или

в группе общей формулы (IIa) R² означает метил или этил.

5 5. Смесь по п. 1 или 2, отличающаяся тем, что как минимум один растворитель выбирают из группы, включающей ароматические углеводороды, спирты, простые эфиры, циклические простые эфиры, сложные эфиры, циклические сложные эфиры, алканы, циклоалканы, олефины, циклоолефины, воду и их смеси.

6. Смесь по п. 1 или 2, отличающаяся тем, что как минимум одно поверхностно-активное вещество выбирают из группы, включающей неионные, анионные, катионные или цвиттерионные поверхностно-активные вещества и их смеси.

10 7. Способ обработки модифицированных на поверхности частиц, описанных в п. 1, как минимум одним растворителем, отличающийся тем, что отношение массы растворителя к массе модифицированной частицы больше чем 500.

15 8. Применение модифицированных на поверхности частиц, описанных в п. 1, в системах, в которых модифицированные частицы приводят в контакт как минимум с одним растворителем, отличающееся тем, что отношение массы растворителя к массе модифицированной частицы больше чем 500.

9. Применение модифицированных на поверхности частиц, описанных в п. 1, в циклах агломерации-деагломерации.

20 10. Применение по п. 9, отличающееся тем, что цикл агломерации-деагломерации представляет собой химический, физический или биологический способ тестирования или разделения, способы очистки грунта, загрязненного тяжелыми металлами, очистки воды, переработки электроскрапа для вторичного применения или разделения под действием силы тяжести.

25 11. Способ получения модифицированной на поверхности частицы, описанной в п. 1, путем приведения в контакт подлежащей модифицированию частицы оксида металла с соединением общей формулы (I) или с полисилоксанами общей формулы (I), содержащими группы общей формулы (IIa), как описано в п. 1.

30 12. Способ по п. 11, отличающийся тем, что приведение в контакт подлежащей модифицированию частицы оксида металла с соединением общей формулы (I) или с полисилоксанами общей формулы (I), содержащими группы общей формулы (IIa), как описано в п. 1, происходит путем набрызгивания.

13. Способ по п. 11 или 12, отличающийся тем, что реакцию ускоряют путем устанавливания рН-значения предпочтительно в результате добавления кислоты.

35 14. Способ по п. 11 или 12, отличающийся тем, что после сушки продукта проводят температурную обработку предпочтительно при температуре вплоть до 160°C.

40 15. Способ по п. 11 или 12, отличающийся тем, что приведение в контакт происходит путем набрызгивания соединений общей формулы (I) или полисилоксанов общей формулы (I), содержащих группы общей формулы (IIa), как описано в п. 1, на подлежащие модифицированию частицы оксида металла.

40

45