



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0026651

(51)^{2016.01} **B32B 27/18**; C09D 7/12; B32B 15/08; (13) **B**
B32B 27/38; C08G 59/02; C08G 59/14;
C08L 63/08; C09D 123/00; C09D
133/00; C09D 147/00; C09D 163/00;
C09D 163/08; C09D 167/00; C09D
169/00; C09D 175/02; C09D 175/04;
B05D 1/00; B05D 3/00

(21) 1-2013-01976 (22) 23/12/2011
(86) PCT/EP2011/073935 23/12/2011 (87) WO2012/089657 05/07/2012
(30) 61/427,863 29/12/2010 US; 11154058.9 10/02/2011 EP
(45) 25/12/2020 393 (43) 25/11/2013 308A
(73) AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL B.V. (NL)
Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem, the Netherlands
(72) POMPIGNANO Gary (US); DYER David John (GB); HIGGS Stuart (GB).
(74) Công ty TNHH Tư vấn sở hữu trí tuệ Việt (VIET IP CO.,LTD.)

(54) CHẾ PHẨM PHỦ, PHƯƠNG PHÁP PHỦ NỀN VÀ NỀN ĐƯỢC PHỦ BẰNG CHẾ PHẨM PHỦ NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm phủ bao gồm nhựa tạo màng không chứa bisphenol A và nhựa tăng cường bám dính. Chế phẩm phủ này có thể thay thế nhựa epoxy nhưng vẫn cho phép hóa rắn không cần melamin formaldehyt, có độ bền chống mờ đục, có khả năng thanh trùng và có thể chịu được các đồ uống khó bảo quản. Theo một số phương án thực hiện, chế phẩm phủ được sử dụng để phủ nền như lon và vật liệu bao bì để bảo quản thực phẩm và đồ uống. Nền này có thể được phủ bằng cách điều chế chất tăng cường bám dính bằng phương pháp bao gồm bước trộn nhựa epoxy hóa và dung môi để tạo ra hỗn hợp, bổ sung hợp chất axit phosphoric vào hỗn hợp thu được để tạo ra este phosphat, bổ sung nước để thủy phân một phần este phosphat này, và bổ sung chất trung hòa để tạo ra nhựa tăng cường bám dính, tiếp đó là trộn nhựa tăng cường bám dính này với nhựa tạo màng không chứa bisphenol A để tạo ra chế phẩm phủ, và phủ chế phẩm phủ này lên nền.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến nhựa tăng cường bám dính, chế phẩm phủ có thành phần nhựa tăng cường bám dính, phương pháp phủ nền bằng chế phẩm phủ này, và nền được phủ bằng chế phẩm phủ này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chế phẩm phủ được điều chế từ nhựa epoxy đã được sử dụng để phủ vật liệu bao bì và đồ chứa thực phẩm và đồ uống. Mặc dù các cơ quan quản lý an toàn thực phẩm lớn trên toàn cầu ở Hoa Kỳ, Canada, châu Âu, và Nhật đã có giải thích dựa trên các bằng chứng khoa học rằng mức bisphenol A mà người tiêu dùng bị phơi nhiễm khi tiếp xúc với lớp phủ gốc epoxy hiện có bán trên thị trường là an toàn, nhiều người tiêu dùng và chủ sở hữu thương hiệu vẫn tỏ ra lo ngại, và mong muốn có lớp phủ không chứa bisphenol A hoặc bất kỳ chất gây rối loạn nội tiết nào khác.

Nhiều chế phẩm phủ không chứa bisphenol A hoặc chất gây rối loạn nội tiết không đạt được các tính năng của lớp phủ gốc epoxy và chưa từng được sử dụng thành công trong thương mại ở các chế phẩm phủ dùng cho thực phẩm và đồ uống. Một số mặt hạn chế là sự tách lớp, việc chấp nhận hương vị bia và hiệu suất đổ mặt trong đồ uống khó giữ được qua khử trùng hoặc thanh trùng.

Patent Hoa Kỳ số 4,522,961 của cùng người nộp đơn mô tả chế phẩm phủ có copolyme epoxy-acrylic và đến 50% khối lượng polyme phosphat hóa. Ví dụ của patent này cho thấy sẽ thu được kết quả tốt hơn khi chế phẩm phủ có lượng lớn copolyme epoxy-acrylic và lượng nhỏ polyme phosphat hóa. Có được kết quả như vậy là do copolyme epoxy-acrylic vốn đã có độ bám dính tốt ở các nồng độ cao này. Tuy nhiên, patent này không giải thích cách để thu được chế phẩm phủ có độ bám dính có thể chấp nhận được mà không cần sử dụng copolyme epoxy-acrylic.

Cần tạo ra chế phẩm phủ không chứa bisphenol A hoặc hầu như không chứa bisphenol A. Nhựa tăng cường bám dính theo sáng chế có thể được sử dụng để điều chế chế phẩm phủ thích hợp, ngoài ra, làm lớp phủ bao gói cho bao bì và đồ chứa thực phẩm hoặc đồ uống.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất phương án thay thế nhựa epoxy vẫn cho phép hóa rắn không cần melamin formaldehyt, có độ bền chống mờ đục bề mặt (blush resistance), có khả năng thanh trùng và có thể chịu được các đồ uống khó bảo quản. Chế phẩm phủ theo sáng chế có thể được điều chế bằng quy trình đơn giản, không yêu cầu nhiều polyme hoặc các giai đoạn xử lý để đạt được hiệu quả đã định.

Sáng chế đề xuất chế phẩm phủ và phương pháp điều chế chế phẩm phủ bao gồm nhựa tạo màng không chứa bisphenol A và chất tăng cường bám dính. Sáng chế cũng đề xuất phương pháp phủ nền bao gồm các bước: a) điều chế chất tăng cường bám dính bằng phương pháp bao gồm: i) trộn nhựa epoxy hóa và dung môi để tạo ra hỗn hợp; ii) bổ sung hợp chất axit phosphoric vào hỗn hợp thu được để tạo ra este phosphat; iii) bổ sung nước để thủy phân một phần este phosphate này; và iv) bổ sung chất trung hòa để tạo ra nhựa tăng cường bám dính; b) trộn nhựa tăng cường bám dính này với nhựa tạo màng không chứa bisphenol A để tạo ra chế phẩm phủ; và c) phủ chế phẩm phủ lên nền.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất chế phẩm phủ được điều chế bằng phương pháp bao gồm: a) điều chế chất tăng cường bám dính bằng phương pháp bao gồm: i) trộn nhựa epoxy hóa và dung môi để tạo ra hỗn hợp; ii) bổ sung hợp chất axit phosphoric vào hỗn hợp thu được để tạo ra este phosphat; iii) bổ sung nước để thủy phân một phần este phosphate này; và iv) bổ sung chất trung hòa để tạo ra nhựa tăng cường bám dính; b) trộn nhựa tăng cường bám dính này với nhựa tạo màng không chứa bisphenol A để tạo ra chế phẩm phủ.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất lon và bao bì được phủ bằng phương pháp này và chứa chế phẩm phủ theo sáng chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình ảnh dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM) của hình thái của bề mặt màng thu được ở ví dụ 2A.

Fig.2 là hình ảnh dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM) của hình thái của bề mặt màng thu được ở ví dụ 2B.

Fig.3 là hình ảnh dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM) của hình thái của bề mặt

màng thu được ở ví dụ 2C.

Fig.4 là hình ảnh dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM) của hình thái của bề mặt màng thu được ở ví dụ 2D.

Fig.5 là hình ảnh dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM) của hình thái của bề mặt màng thu được ở ví dụ 2E.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất nên được phủ ít nhất một phần bằng chế phẩm phủ theo sáng chế và phương pháp phủ nền này. Thuật ngữ “nền” được sử dụng trong bản mô tả này bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, lon, lon kim loại, vật liệu bao bì, đồ chứa, đồ đựng, hoặc bất kỳ phần nào của chúng được sử dụng để giữ, chạm vào hoặc tiếp xúc với loại thực phẩm hoặc đồ uống bất kỳ. Ngoài ra, các thuật ngữ “nền”, “lon thực phẩm”, “đồ chứa thực phẩm” và các thuật ngữ tương tự bao gồm, ví dụ không giới hạn ở, “nắp”, có thể được đập từ phôi nắp và được sử dụng trong vật liệu bao bì của đồ uống.

Sáng chế bao gồm nhựa tăng cường bám dính chứa hợp chất axit phosphoric, nhựa epoxy hóa (có thể béo hoặc thơm), hoặc hỗn hợp của chúng. Chế phẩm này cũng có thể bao gồm dung môi và chất trung hòa.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, dung môi bao gồm 2-butoxyetanol, butanol, 2-hexoxyetanol, hoặc các dung môi đã thủy phân khác, cũng như hỗn hợp của chúng. Dung môi có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 4:1 đến 1:4 tính theo khối lượng dung môi và chất rắn hoặc nằm trong khoảng từ 3:1 đến 1:3.

Chất trung hòa có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, amin bậc ba, amin bậc hai, amin bậc một, natri hydroxit, kali hydroxit, cacbonat, hoặc hỗn hợp của chúng. Amin bậc ba thích hợp để sử dụng theo sáng chế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, dimetyl etanol amin, 2-dimetylamino-2-metylpropanol, tributylamin, và hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, chất trung hòa có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,25 đến 1,5 đương lượng tính theo hợp chất axit phosphoric hoặc nằm trong khoảng từ 0,75 đến 1,0.

Nhựa tăng cường bám dính theo sáng chế cũng có thể bao gồm, nhưng không

chỉ giới hạn ở, dầu epoxy hóa phosphat hóa, copolyme polybutadien epoxy hóa phosphat hóa, copolyme acrylic phosphat hóa, polyeste phosphat hóa, copolyme phosphat hóa chứa monome phosphat copolyme hóa, epoxy phosphat, copolyme epoxy-acrylic phosphat hóa, mono-alkyl este của các hợp chất nêu trên, di-alkyl este của các hợp chất nêu trên, hoặc hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, nhựa tăng cường bám dính có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10,0% so với chất rắn tạo lớp phủ hoặc nằm trong khoảng từ 2,0 đến 7,0%.

Trong một số phương án thực hiện, nhựa epoxy hóa theo sáng chế có thể bao gồm mono- và diglycidyl ete của diol (như, nhưng không chỉ giới hạn ở, ete dipropilen glycol diglycidyl, ete polypropylen glycol diglycidyl, ete etylen glycol diglycidyl, ete neopentyl glycol diglycidyl, ete 1,4 butandiol diglycidyl, ete xyclohexandimetanol diglycidyl, và ete 1,6 hexandiol diglycidyl), mono- hoặc di-glycidyl este của điaxit (như, nhưng không chỉ giới hạn ở, este diglycidyl của anhydrit hexahydrophthalic), dầu đậu tương epoxy hóa, ete bisphenol A glycidyl, polybutadien epoxy hóa, hoặc hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, chất tăng cường bám dính còn chứa nước.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp phủ nền bao gồm các bước: a) điều chế chế phẩm phủ bằng phương pháp bao gồm: i) trộn nhựa epoxy hóa và dung môi để tạo ra hỗn hợp; ii) bổ sung hợp chất axit phosphoric vào hỗn hợp thu được để tạo ra este phosphat; iii) bổ sung nước để thủy phân một phần este phosphat này; và iv) bổ sung chất trung hòa để tạo ra nhựa tăng cường bám dính; b) trộn nhựa tăng cường bám dính này với nhựa tạo màng không chứa bisphenol A để tạo ra chế phẩm phủ; và c) phủ chế phẩm phủ lên nền. Trong một số phương án thực hiện, hợp chất axit phosphoric có thể là, nhưng không chỉ giới hạn ở, axit phosphoric, axit superphosphoric, axit polyphosphoric, P_2O_5 , hoặc hỗn hợp của chúng.

Phương pháp, nhựa tăng cường bám dính và chế phẩm phủ được mô tả trong bản mô tả này có thể bao gồm các đặc điểm bất kỳ được mô tả trong toàn bộ bản mô tả này. Nhựa tạo màng không chứa bisphenol A có thể là hệ tạo lớp phủ thông thường thường được sử dụng làm chế phẩm phủ, như chế phẩm phủ latec (bao gồm, ví dụ, chế phẩm styren latec acrylic), chế phẩm phủ polyeste, chế phẩm phủ polyolefin, chế phẩm tạo lớp phủ polyuretan, chế phẩm phủ polyacrylic, chế phẩm phủ polycarbonat, chế

phẩm phủ polyure, chế phẩm phủ bất kỳ trong số các chế phẩm được bộc lộ trong công bố đơn quốc tế số WO 2010/100122 WO 2010/100121 hoặc WO 2010/097353 của cùng người nộp đơn này hoặc hỗn hợp của chúng.

Trong một số phương án thực hiện, nhựa tăng cường bám dính có thể được trộn với nhựa tạo màng không chứa bisphenol A với lượng nằm trong khoảng từ 0,5% đến 10% tính theo tổng chất rắn polyme, hoặc nằm trong khoảng từ 2% đến 6% tính theo tổng chất rắn polyme.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất chế phẩm phủ được điều chế bằng phương pháp bao gồm: a) điều chế chất tăng cường bám dính bằng phương pháp bao gồm: i) trộn nhựa epoxy hóa và dung môi để tạo ra hỗn hợp; ii) bổ sung hợp chất axit phosphoric vào hỗn hợp thu được để tạo ra este phosphat; iii) bổ sung nước để thủy phân một phần este phosphat này; và iv) bổ sung chất trung hòa để tạo ra nhựa tăng cường bám dính; b) trộn nhựa tăng cường bám dính này với nhựa tạo màng không chứa bisphenol A để tạo ra chế phẩm phủ. Phương pháp, chất tăng cường bám dính và chế phẩm phủ theo sáng chế có thể bao gồm các đặc điểm được mô tả trong toàn bộ bản mô tả này.

Ngoài ra, sáng chế bao gồm nền, như lon và vật liệu bao bì, được phủ bằng chế phẩm phủ và/hoặc bằng phương pháp theo sáng chế.

Nhựa tạo màng không chứa bisphenol A, nhựa tăng cường bám dính và chế phẩm phủ theo sáng chế có thể bao gồm các chất phụ gia thông thường đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, nhưng không chỉ giới hạn ở, chất phụ gia để kiểm soát bọt, giảm cân bằng và sức căng bề mặt động, kiểm soát tính lưu biến và độ trơn bề mặt. Lượng chất này có thể thay đổi tùy thuộc vào quá trình tráng phủ và đặc tính mong muốn theo cách bất kỳ đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Nhựa tăng cường bám dính cũng có thể bao gồm các chất phụ gia, nhưng không chỉ giới hạn ở, acrylic, siloxan, polyeste gốc nước, phenolic hoặc các chất hoạt động bề mặt khác dạng dung dịch.

Trong một số phương án thực hiện, một hoặc nhiều chế phẩm phủ theo sáng chế được phủ lên nền bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, lon, lon kim loại, vật liệu bao bì, đồ chứa, đồ đựng, nắp lon, hoặc các phần bất kỳ của chúng được dùng làm đồ chứa thực phẩm hoặc đồ uống bất kỳ. Trong một số phương án thực hiện, ngoài chế phẩm phủ theo sáng chế, một hoặc nhiều lớp phủ được tráng phủ, chẳng hạn như ví dụ không

có tính giới hạn là lớp phủ lót có thể được phủ giữa nền và chế phẩm phủ theo sáng chế.

Chế phẩm phủ có thể được phủ lên nền theo cách bất kỳ đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Trong một số phương án thực hiện, chế phẩm phủ được phun lên nền. Khi phun, chế phẩm phủ chứa, nhưng không chỉ giới hạn ở, khoảng từ 10% đến 30% khối lượng chất rắn polyme so với trong khoảng từ 70% đến 90% nước bao gồm các chất dễ bay hơi khác như, nhưng không chỉ giới hạn ở, những dung môi tối thiểu nếu muốn. Đối với một số phương pháp phủ, điển hình là các phương pháp không phải phun, các chất phân tán polyme dạng nước có thể chứa, ví dụ không có tính giới hạn là, trong khoảng từ 20% đến 60% khối lượng chất rắn polyme. Trong một số phương án thực hiện, dung môi hữu cơ được sử dụng để tạo điều kiện thuận lợi để phun hoặc các phương pháp phủ khác và các dung môi như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, n-butanol, 2-butoxy-ethanol-1, xylen, toluen, và hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, n-butanol được sử dụng cùng với 2-butoxy-ethanol-1. Trong một số phương án thực hiện, chế phẩm phủ theo sáng chế được tạo màu và/hoặc hóa đục bằng chất tạo màu và chất làm mờ đục đã biết. Đối với nhiều mục đích sử dụng, bao gồm sử dụng trong thực phẩm, ví dụ không có tính giới hạn là, chất tạo màu là titan dioxit. Trong một số phương án thực hiện, dung dịch chế phẩm phủ được phủ bằng phương pháp thông thường đã biết trong công nghiệp phủ. Do vậy, ví dụ không có tính giới hạn là về phương pháp tráng phủ bao gồm phun, lăn, nhúng, và tráng có thể được sử dụng đối với cả màng trong suốt và màng có màu. Trong một số phương án thực hiện, sau khi phủ lên nền, lớp phủ được hóa rắn bằng nhiệt ở nhiệt độ trong khoảng từ 130°C đến 250°C, và trong phương án khác, ở nhiệt độ cao hơn trong thời gian đủ để thực hiện hóa rắn cũng như bay hơi hoàn toàn thành phần không bền bất kỳ trong đó.

Đối với nền được dự định dùng làm đồ chứa đựng đồ uống, trong một số phương án thực hiện, lớp phủ được phủ với tỷ lệ nằm trong khoảng từ 0,5 đến 15 mg lớp phủ polyme cho mỗi 6,5 cm vuông (1 square inch) của bề mặt nền. Trong một số phương án thực hiện, lớp phủ dễ phân tán trong nước được phủ với độ dày nằm trong khoảng từ 1 đến 25 micromet.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả thêm bằng cách tham khảo các ví dụ không có tính giới hạn sau đây. Cần phải hiểu rằng các thay đổi và cải biến của các ví dụ này có thể được thực hiện bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này mà không nằm ngoài phạm vi và nội dung của sáng chế.

Ví dụ 1

Điều chế chất tăng cường bám dính

Giai đoạn phosphoryl hoá

Hỗn hợp sơ chế được điều chế bằng cách thêm 24,0 phần polybutadien epoxy hóa (Poly BD 600) và 34,2 phần butyl cellosolve (etylen glycol monobutyl ether) vào bình phản ứng và được đun nóng đến 70°C có khuấy vừa phải và lớp nitơ. Butyl cellosolve được sử dụng làm dung môi pha loãng và cũng để đệm phản ứng để ngăn ngừa gen hóa. Hỗn hợp này được cho vào hỗn hợp sơ chế chứa 1,0 phần axit superphosphoric (105% axit phosphoric) và 3,29 phần butyl cellosolve. Axit superphosphoric được sử dụng vì nó là dạng đậm đặc của axit không có nước để gây ảnh hưởng cho phản ứng vòng oxiran. Các thành phần được để cho phản ứng và trong vòng năm phút phản ứng tỏa nhiệt đạt tới 76°F (24°C). Sau đó, nhiệt độ được tăng từ từ đến 120°F (49°C) trong hơn 20 phút và giữ trong thời gian 3 giờ. Khi phản ứng xảy ra, mono-, di và tri-este được tạo ra và tiêu thụ hầu hết các nhóm axit có sẵn trên axit. Mẫu được lấy ra hàng giờ và được kiểm tra chỉ số axit để theo dõi phản ứng. Bắt đầu từ chỉ số axit lý thuyết là 43,6, chỉ số axit cuối cùng là 3,2. Mẫu cuối cùng cũng được kiểm tra tỷ lệ phần trăm oxiran để kiểm tra các nhóm oxiran còn lại bất kỳ. Bắt đầu từ chỉ số oxiran lý thuyết là 3,5%, giá trị cuối cùng là 0,22%.

Giai đoạn thủy phân

Mẻ này được làm lạnh đến 97°F (36°C) và 3,36 phần nước được thêm vào bình và giữ trong 2 giờ. Phản ứng với nước đã phá vỡ các di- và tri-este bất kỳ của axit phosphoric thành các monoeste, đây là dạng hiệu quả để bám dính với nền kim loại. Mẫu được lấy mỗi giờ và được kiểm tra chỉ số axit. Chỉ số axit cuối cùng là 39,1.

Giai đoạn nhũ tương

Trong khi vẫn giữ ở nhiệt độ cao hơn 95°F (35°C), hỗn hợp sơ chế gồm 0,96

phần dimetyl etanol amin và 2,88 phần nước được thêm từ từ vào bình và giữ trong 20 phút để trung hòa axit. Sau đó nhiệt cung cấp được ngắt và 30,31 phần nước được thêm vào sau 30 phút để tạo thành nhũ tương cuối cùng. Mẻ này được làm nguội bằng không khí đến nhiệt độ phòng và kiểm tra chỉ số axit và tỷ lệ phần trăm chất rắn. Các giá trị cuối cùng là chỉ số axit 39,1 và 26,3% chất rắn.

Ví dụ 2

Các ví dụ sau dẫn đến cảm quan của màng được cải thiện khi sử dụng chất tăng cường bám dính theo sáng chế.

Ví dụ 2A: Lớp phủ đối chứng

2415,3g styren latec acrylic (23,5% NV) được thêm vào 141,7g nước khử khoáng, sau đó là hỗn hợp bao gồm 349,41g butanol, 85,5g butyl cellosolve, 7,13g hexyl cellosolve, và 5,7g surfynol 420, trộn kỹ trong quá trình bổ sung.

Ví dụ 2B: Tạo lớp phủ bằng chất tăng cường bám dính

2342,8g styren latec acrylic (23,5% NV) được bổ sung vào 221,4g nước khử khoáng và 68,4g chất tăng cường bám dính thu được ở ví dụ 1. Sau đó hỗn hợp chứa 349,41 g butanol, 59,45g butyl cellosolve, 7,13g hexyl cellosolve và 5,7g surfynol 420 được bổ sung vào, trộn kỹ trong quá trình bổ sung.

Các ví dụ 2C-2E: Cải biến lớp phủ

3400,0g vật liệu thu được ở ví dụ 2B được bổ sung vào các vật liệu đã chỉ ra trong bảng dưới đây, trộn kỹ sau khi bổ sung.

Ví dụ	Vật liệu	Lượng
C	dung dịch acrylic ¹	2,9 g
D	polyeste ²	71,8 g
E	Z-6070 silan	17,0 g
	Z-6124 silan	17,0 g

¹chất cải biến dòng dung dịch acrylic có nhóm chức axit

²thể dung dịch phân tán polyeste

Ví dụ 2F: Thử nghiệm lớp phủ

Vật liệu thu được ở các ví dụ 2A-2E nêu trên được phun lên trên lon đựng đồ uống hai mảnh và được đánh giá về tính năng.

Phun: lon với khối lượng màng 125 mg/lon được đánh giá nhờ thiết bị phân loại men.

Tróc Seltzer: các lon được phun với khối lượng màng 100 mg/lon, lớp men được đánh giá và sau đó được nạp nước Seltzer, được đánh giá về tính tróc bề mặt; 0 = không tróc, 10 = tróc mạnh

Các lon được nạp Gatorade và xử lý trong 60 phút ở 250°F (121°C) và được đánh giá về độ đục của màng, tăng màu sắc và hư hỏng sau khi thả rơi.

Độ mờ: 0 = không trắng, 5 = trắng đục

Màu: 0 = không có màu, 5 = có màu đáng kể

Hư hỏng sau khi thả rơi: đánh giá lớp men sau khi thả rơi lên cái nệm.

Ví dụ	Phun	Tróc Seltzer	Độ đục của màng	Màu	Hư hỏng sau khi thả rơi
2A	3,0	8	0	0	42,6
2B	1,5	0	0	0	9,4
2C	2,1	0	0	0	20,3
2D	5,5	0	0	0	14,9
2E	2,9	0,5	0	0	13,3

Hình thái bề mặt:

Dưới đây là các ảnh thể hiện hình thái bề mặt của màng của các ví dụ từ 2A đến 2E dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM). Người ta mong muốn có bề mặt nhẵn với các vết rỗ hạn chế.

Bề mặt của ví dụ 2A: tương đối nhẵn

Bề mặt của ví dụ 2B: nhiều vết rỗ và vết xước trên bề mặt

Bề mặt của ví dụ 2C: tương đối nhẵn

Bề mặt của ví dụ 2D: tương đối nhẵn

Bề mặt của ví dụ 2E: tương đối nhẵn

Ví dụ 3

Tạo lớp phủ bằng chất tăng cường bám dính

Khí nitơ được cho đi qua trong suốt quá trình thêm butyl đioxitol và 89,9% axit phosphoric và đun nóng đến 70°C. Cho vào hỗn hợp này hỗn hợp sơ chế gồm este diglycidyl của anhydrit hexahydrophthalic và butyl đioxitol trong thời gian 180 phút với nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70 đến 75°C. Hỗn hợp thu được được giữ trong 60 phút cho đến khi thu được chỉ số axit là 35 mg KOH/g. Tiếp theo, hỗn hợp nước đã được khử ion và butyl đioxitol được bổ sung vào và hỗn hợp này được đun nóng đến 140-142°C. Hỗn hợp này được giữ trong 60 phút và lấy mẫu để chỉ số axit là 71 mg KOH/g. Hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 95°C và dimetyletanolamin được bổ sung vào. Mẻ này được để tỏa nhiệt đến 100°C và được giữ trong thời gian 30 phút ở nhiệt độ từ 90 đến 100°C. Tỷ lệ phần trăm khối lượng là:

Vật liệu	Khối lượng	Tỷ lệ phần trăm khối lượng
Butyl đioxitol	262,01	26,20%
Axit phosphoric (89,9%)	64,80	6,48%
Epalloy 5200	441,76	44,18%
Butyl đioxitol	115,18	11,52%
Nước đã khử ion	24,09	2,41 %
Butyl đioxitol	38,17	3,82%
Dimetyletanolamin	53,99	5,40%

Chế phẩm thu được được phân tích về hàm lượng chất rắn, độ nhớt và chỉ số axit. Các kết quả là như sau:

Hàm lượng chất rắn	Độ nhớt	Chỉ số axit
60,2%	9 P ở 25 ⁰ C	110 mg KOH/g chất rắn

Ví dụ 4

Ba chế phẩm phủ được điều chế bằng cách trộn ngẫu nhiên các thành phần và được đánh giá sau khi phủ lên lon nhôm như được thể hiện trong bảng dưới đây. Chế phẩm

phủ trong cột thứ nhất được điều chế bằng cách sử dụng epoxy phosphat thơm tiêu chuẩn không có chất tăng cường bám dính theo sáng chế. Chế phẩm phủ trong cột thứ hai được điều chế bằng cách sử dụng chất tăng cường bám dính không epoxy ở mức bổ sung là 2,2% tổng hàm lượng chất rắn. Chế phẩm phủ trong cột thứ ba được điều chế bằng cách sử dụng chất tăng cường bám dính không epoxy ở mức bổ sung là 1,1% tổng hàm lượng chất rắn.

Thành phần	Tiêu chuẩn	% khối lượng Mức độ đầy đủ của chất tăng cường bám dính	Một nửa mức chất tăng cường bám dính
Polyeste	53	53	53
Đimetyletanolamin	0,9	0,9	0,9
Chất tăng cường bám dính	0	2,2	1,1
Epoxy phosphat	2	0	0
Chất hoạt động bề mặt BYK333	0,2	0,2	0,216
Chất khử bọt Drewplus 210-694	0, 2	0, 2	0, 2
2-butoxy etanol	0, 2	0, 2	0, 2
Synocryl 811S vinyl polyme	1	1	1
Chất tạo liên kết ngang Cymel 3745	15	15	15
Sáp	2,3	2,3	2,3
Nước	25,2	25	26,1

Độ bóng 60°			
Lò nướng bên trong (internal bake oven, IBO)	122-131	120-128	117-124
Trên lò	118-123	104-109	103-106

Hệ số trượt Altek						
Deco	0,04-0,05		0,03-0,04		0,03-0,04	
IBO	0,06-0,07		0,04-0,05		0,04-0,05	
Trên lò	0,09-0,10		0,05-0,06		0,05-0,06	
Metyl etyl xeton (MEK)						
Deco	16-19		19-28		25-28	
IBO	100+		100+		100+	
Trên lò	100+		100+		100+	
Độ uốn do nê	80%		90%		92%	
% không vỡ Độ cứng bút chì						
HBO	>7H		>7H		>7H	
Trên lò	6H		>7H		>7H	
Độ bền chống mờ đục						
Joy 95°C/30 phút	0-1		0		0	
Nước	0		0		0	
Carlsberg	0-1		0		0	
Độ bám cổ lon 202	Cổ lon	SW	Cổ lon	SW	Cổ lon	SW
Joy 95°C/30 phút	0	0	0	0	0	0
Nước sôi 10 phút	0	0	0	0	0	0
Carlsberg 60°C/30 phút	0	0	0	0	0	0

Dữ liệu nêu trên cho thấy việc bổ sung chất tăng cường bám dính không epoxy ở mức bổ sung là 1,1 và 2,2% tổng chất rắn thu được tính năng bám dính tương đương với tính năng bám dính của các lớp phủ điều chế được bằng epoxy phosphat thơm tiêu chuẩn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm phủ phun được để tạo ra lớp phủ tiếp xúc với thực phẩm hoặc đồ uống, chế phẩm phủ này bao gồm:

nhựa tạo màng không chứa bisphenol A;

chất tăng cường bám dính có mặt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 5% đến khoảng 10% theo khối lượng tổng hàm lượng rắn, trong đó chất tăng cường bám dính bao gồm (i) sản phẩm thủy phân este monophosphat được tạo thành từ nước và sản phẩm phosphoryl hóa este đi- hoặc tri-phosphat của nhựa epoxy hóa và hợp chất axit phosphoric và (ii) chất làm trung hòa bazơ,

trong đó chế phẩm phủ không chứa bisphenol A.

2. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó chất làm trung hòa bazơ có mặt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,25 đến khoảng 1,5 đương lượng của hợp chất axit phosphoric.

3. Chế phẩm phủ theo điểm 2, trong đó chất làm trung hòa bazơ có mặt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,75 đến khoảng 1,0 đương lượng của hợp chất axit phosphoric.

4. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó chế phẩm phủ này còn bao gồm dung môi được chọn từ nhóm bao gồm 2-butoxyetanol, butanol, 2-hexoxyetanol, hoặc hỗn hợp của chúng.

5. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó chất làm trung hòa bazơ được chọn từ nhóm bao gồm amin bậc một, bậc hai hoặc bậc ba, natri hydroxit, kali hydroxit, cacbonat, hoặc hỗn hợp của chúng.

6. Chế phẩm phủ theo điểm 5, trong đó amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm dimetyl etanol amin, 2-dimetylamino-2-metylpropanol, tributylamin, hoặc hỗn hợp của chúng.

7. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó chế phẩm phủ này còn bao gồm nước.

8. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó nhựa tạo màng không chứa bisphenol A được chọn từ nhóm bao gồm chế phẩm phủ latec, chế phẩm phủ polyeste, chế phẩm phủ

polyolefin, chế phẩm phủ polyuretan, chế phẩm phủ polyacrylic, chế phẩm phủ polycacbonat, chế phẩm phủ polyure, hoặc hỗn hợp của chúng.

9. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó hợp chất axit phosphoric được chọn từ nhóm bao gồm axit phosphoric, axit superphosphoric, axit polyphosphoric, P_2O_5 , hoặc hỗn hợp của chúng.

10. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó nhựa epoxy hóa được chọn từ nhóm bao gồm ete mono- và diglycidyl của diol, este mono- và diglycidyl của điaxit, dầu đậu tương đã epoxy hóa, polybutadien đã epoxy hóa, hoặc hỗn hợp của chúng.

11. Phương pháp phủ nền bao gồm các bước:

a) điều chế chất tăng cường bám dính bao gồm:

(i) sản phẩm thủy phân este monophosphat được tạo thành từ nước và sản phẩm phosphoryl hóa este di- hoặc tri-phosphat của nhựa epoxy hóa và hợp chất axit phosphoric và (ii) chất làm trung hòa bazơ, bằng phương pháp bao gồm:

(1) trộn nhựa epoxy hóa và dung môi để tạo ra hỗn hợp;

(2) bổ sung hợp chất axit phosphoric vào hỗn hợp thu được để tạo ra este phosphat;

(3) bổ sung nước để thủy phân một phần este phosphat này; và

(4) bổ sung chất trung hòa để tạo ra nhựa tăng cường bám dính;

b) trộn nhựa tăng cường bám dính này với nhựa tạo màng không chứa bisphenol A để tạo ra chế phẩm phủ; trong đó chế phẩm phủ không chứa bisphenol A và trong đó nhựa tăng cường bám dính có mặt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,5% đến khoảng 10% theo khối lượng tổng hàm lượng rắn và

c) đưa chế phẩm phủ này lên trên tấm nền.

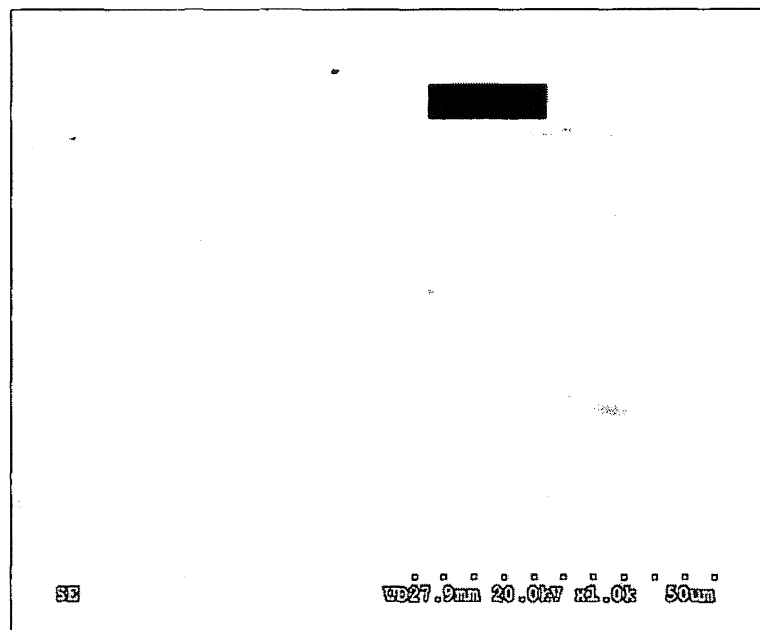
12. Phương pháp theo điểm 11, trong đó dung môi được chọn từ nhóm bao gồm 2-butoxyetanol, butanol, 2-hexoxyetanol, hoặc hỗn hợp của chúng.

13. Phương pháp theo điểm 11, trong đó chất làm trung hòa bazơ được chọn từ nhóm bao gồm amin bậc một, bậc hai hoặc bậc ba, natri hydroxit, kali hydroxit, cacbonat, hoặc hỗn hợp của chúng.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó amin bậc ba được chọn từ nhóm bao gồm dimethyl ethanol amin, 2-dimethylamino-2-metylpropanol, tributylamin, hoặc hỗn hợp của chúng.

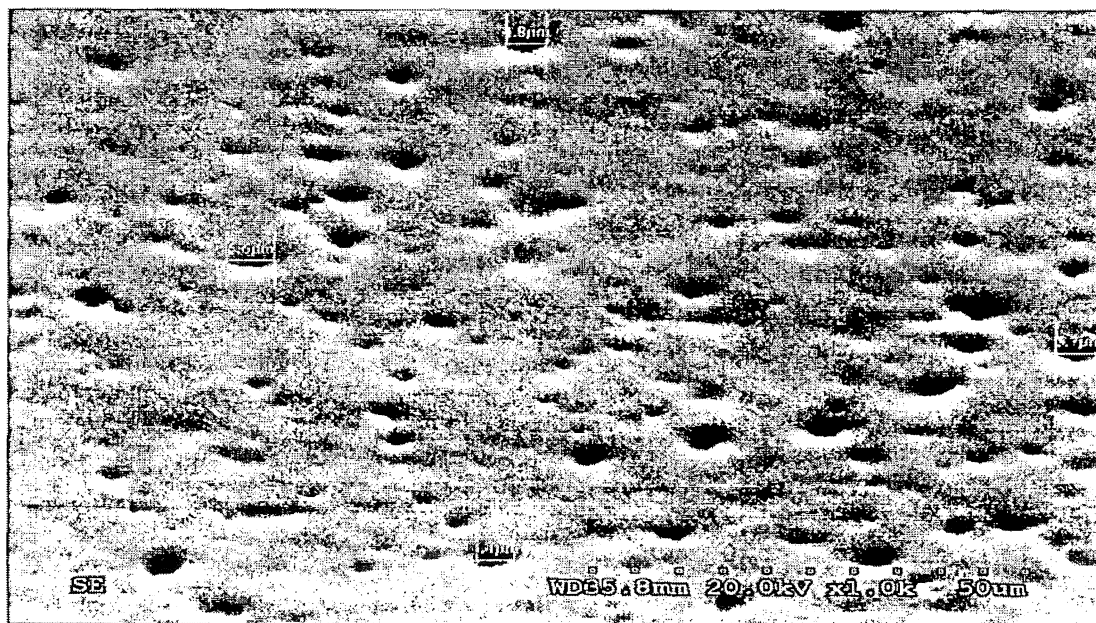
15. Nền được phủ bằng chế phẩm phủ theo điểm 1.

Fig. 1



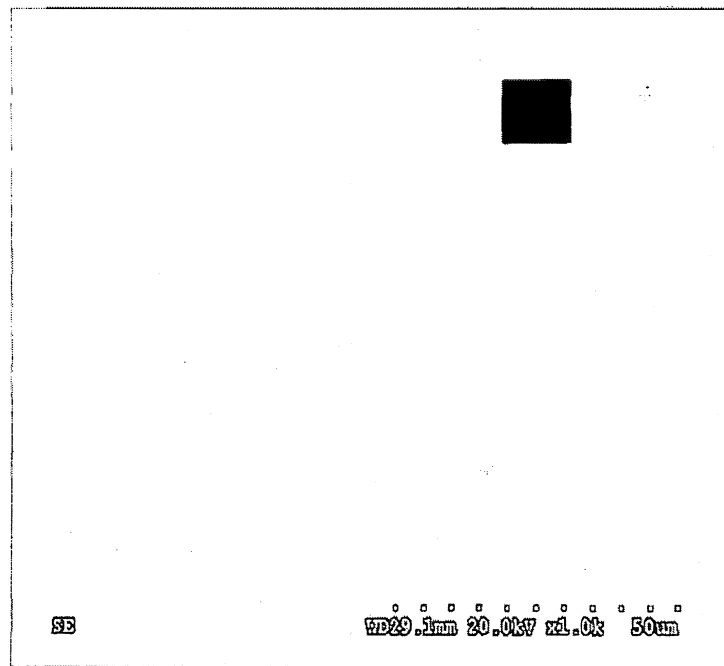
Bề mặt màng ví dụ 2A: tương đối nhẵn

Fig.2



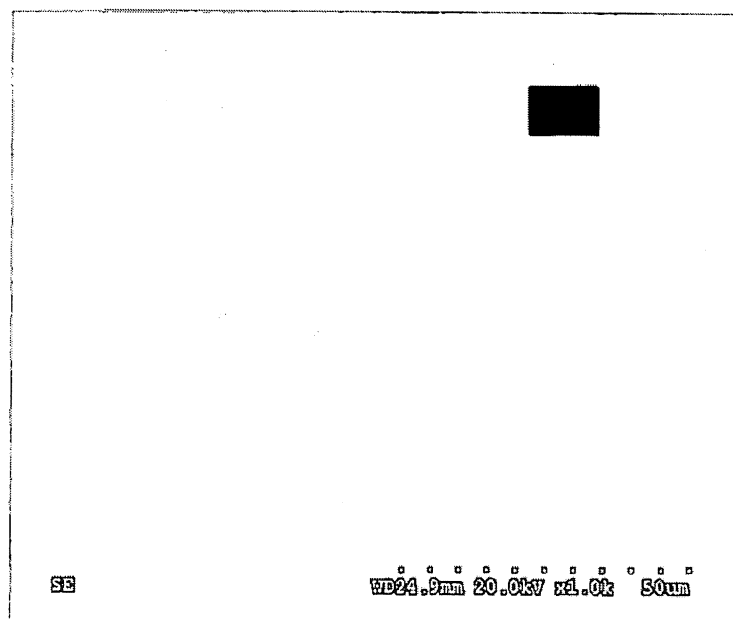
Bề mặt màng ví dụ 2B: nhiều vết xước và lõm trên bề mặt

Fig. 3



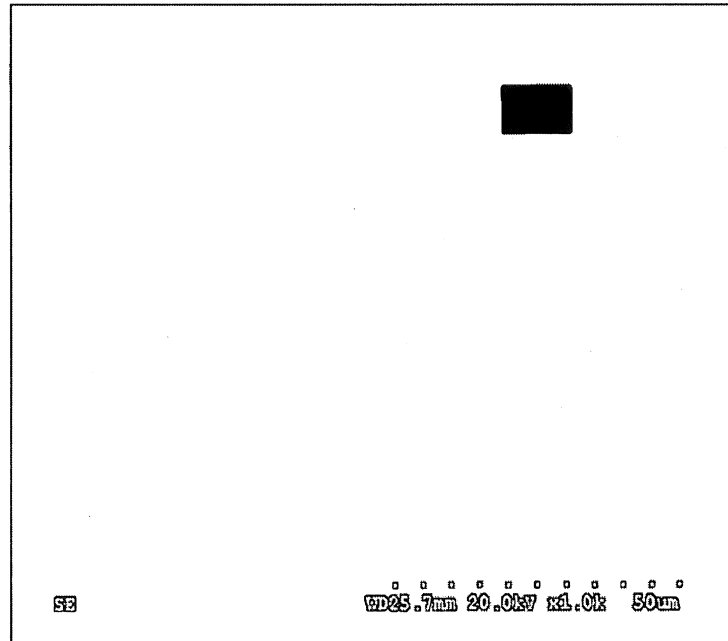
Bề mặt màng ví dụ 2C: tương đối nhẵn

Fig.4



Bề mặt màng ví dụ 2D: tương đối nhẵn

Fig. 5



Bề mặt màng ví dụ 2E: tương đối nhẵn