



(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)



1-0027404

(51)^{2020.01} C09D 133/06; C09D 151/00; C08F
267/06

(13) B

-
- (21) 1-2013-01977 (22) 28/12/2011
(86) PCT/EP2011/074117 28/12/2011 (87) WO2012/089746 05/07/2012
(30) 61/427,612 28/12/2010 US; 11154037.3 10/02/2011 EP
(45) 25/02/2021 395 (43) 25/11/2013 308A
(73) AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL B.V. (NL)
Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem, the Netherlands
(72) TELFORD David, James (US); GARDNER Kenneth James (US); ROBERTS Ryan
Sr. (US); WEIDENDORF Tiffany (US); YANCEY Denise, E. (US).
(74) Công ty TNHH Tư vấn sở hữu trí tuệ Việt (VIET IP CO.,LTD.)
-

- (54) CHẾ PHẨM PHỦ, HỘP HOẶC VẬT LIỆU BAO GÓI ĐƯỢC PHỦ BẰNG CHẾ
PHẨM PHỦ NÀY VÀ PHƯƠNG PHÁP PHỦ HỘP HOẶC VẬT LIỆU BAO GÓI
- (57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm phủ và phương pháp phủ nền bằng cách sử dụng chế
phẩm phủ này. Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, chế phẩm phủ được điều
chế bằng phương pháp bao gồm các bước a) điều chế nhũ tương latec bằng phương pháp
bao gồm bước trộn thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen trong chất
mang để tạo ra monome nhũ tương, và cho monome nhũ tương này phản ứng với chất khơi
mào để tạo ra nhũ tương latec, b) điều chế copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl
bằng phương pháp bao gồm bước cho dầu thực vật đã epoxy hóa phản ứng với chất có
nhóm chức hydroxyl với sự có mặt của chất xúc tác axit để tạo ra polyol gốc dầu có nhóm
chức hydroxyl, và cho polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl này phản ứng với thành
phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen với sự có mặt của chất khơi mào để tạo
ra copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl, và c) trộn nhũ tương latec và
chất tạo liên kết ngang, sau đó bổ sung copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl
này vào để tạo ra chế phẩm phủ. Chế phẩm phủ có thể không bị mờ hoặc bị mờ ở mức tối
thiểu, không bị dính màu hoặc bị dính màu ở mức tối thiểu, và độ bám dính có thể chấp
nhận được về mặt thương mại. Sáng chế cũng đề cập đến nền và hộp được phủ bằng chế
phẩm phủ theo sáng chế.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến nhũ tương latec cỡ hạt lớn có hàm lượng axit cao, phương pháp ổn định nhũ tương latec cỡ hạt lớn có hàm lượng axit cao, chế phẩm phủ được tạo ra từ nhũ tương này, 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 gói và đồ chứa thực phẩm hay 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 Bản 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.

Công bố đơn sáng chế quốc tế số WO 2008/036629 đề cập đến chế phẩm phủ cho đồ chứa đồ uống hay thực phẩm bao gồm nhựa polyeste-acrylat ghép được liên kết ngang với chất tạo liên kết ngang phenol và được xúc tác bởi chất xúc tác chứa titan hoặc chứa ziricon.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Hoa Kỳ số 2005/0196629 cũng đề cập đến chế phẩm phủ cho đồ chứa đồ uống hay thực phẩm bao gồm nhựa polyeste-acrylat ghép được liên kết ngang với chất tạo liên kết ngang phenol.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Hoa Kỳ số 2006/0100366 mô tả việc sử dụng polyme acrylic làm chất phân tán cho quá trình polyme hoá latec bằng cách kết hợp thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen với thể phân tán của muối của polyme có nhóm chức axit hoặc anhydrit và amin để tạo ra nhũ tương.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Hoa Kỳ số 2007/0117928 và patent Hoa Kỳ số 7,189,787 đề cập đến phương pháp tạo ra thể phân tán chứa sản phẩm phản ứng của amin bậc ba với polyme có nhóm chức axit và polyme có nhóm chức glycidyl.

Công bố đơn sáng chế quốc tế số WO 2007/123659 đề cập đến chế phẩm phủ được điều chế bằng cách tạo liên kết ngang polyme acrylic có khối lượng phân tử lớn hơn 41000 và trị số axit nhỏ hơn 30 mg KOH/g.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Hoa Kỳ số 2007/0281179 đề cập đến chế phẩm phủ có polyeste là sản phẩm phản ứng của polyol (rượu đa chức) và bis-epoxy với axit và/hoặc este mono- và/hoặc di-phenolic carboxylic.

Công bố đơn sáng chế quốc tế số WO 2010/100121 của cùng người nộp đơn mô tả việc điều chế polyme ghép polyol acrylic gốc dầu mang nhóm chức hydroxyl thích hợp để làm chế phẩm phủ cho vật liệu bao gói. Công bố đơn sáng chế quốc tế số WO 2010/097353 mô tả việc điều chế nhũ tương latec thích hợp để làm chế phẩm phủ cho vật liệu bao gói.

Latec được điều chế bằng cách polyme hoá nhũ tương không có được tính năng của lớp phủ gốc epoxy và không được sử dụng một cách thành công về mặt thương mại trong việc tạo lớp phủ cho đồ chứa thực phẩm hay đồ uống. Một số hạn chế là sự chấp nhận hương vị trong bia và độ đục của đồ uống khó bảo quản đã khử trùng hoặc thanh trùng. Polyme nhũ tương latec thường sử dụng các muối natri làm chất đệm và chất ổn định, và/hoặc chất hoạt động bề mặt không ion, các chất này cũng gây ra mức nhạy nước không thể chấp nhận được (độ đục).

Cần tạo ra chế phẩm phủ không chứa bisphenol A hoặc hầu như không chứa bisphenol A. Nhũ tương latec và polyme ghép polyol acrylic gốc dầu mang nhóm chức hydroxyl theo sáng chế có thể được sử dụng để điều chế chế phẩm phủ thích hợp, không kể những cái khác, như lớp phủ cho vật liệu bao gói và đồ chứa thực phẩm hay đồ uống.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất phương án thay thế nhựa epoxy cho phép hóa rắn không chứa formaldehyt, có độ bền chống vẩn đục, có khả năng thanh trùng và có thể chịu được các đồ uống khó bảo quản. Trong một số phương án thực hiện, các khía cạnh có lợi này theo sáng chế đã đạt được bằng cách sử dụng polyol gốc dầu (như polyol gốc dầu tương tự như được bộc lộ trong WO '121) làm chất phân tán các gốc không tan trong nước (như latec tương tự như được bộc lộ trong WO '353). Chế phẩm phủ theo sáng

chế có thể được điều chế bằng quy trình đơn giản, không yêu cầu nhiều polyme hoặc nhiều giai đoạn xử lý để đạt được hiệu quả đã định.

Sáng chế cũng đề xuất chế phẩm phủ và phương pháp phủ nền bằng cách sử dụng chế phẩm phủ này. Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, chế phẩm phủ bao gồm: a) copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl; b) nhũ tương latec; và c) chất tạo liên kết ngang, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa chất tạo liên kết ngang và copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl nằm trong khoảng từ 5:1 đến 2:1 và trong đó tỷ lệ khối lượng giữa nhũ tương latec và copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl nằm trong khoảng từ 4:1 đến 2:1. Trong một số phương án thực hiện, chế phẩm phủ theo sáng chế chứa đến 12pph (parts per hundred, phần trăm) copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl và/hoặc đến 50pph hợp chất phenol.

Chế phẩm phủ này có thể được điều chế bằng phương pháp bao gồm các bước a) điều chế nhũ tương latec bằng phương pháp bao gồm bước trộn thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen trong chất mang để tạo ra monome nhũ tương, và cho monome nhũ tương này phản ứng với chất khơi mào để tạo ra nhũ tương latec, b) điều chế copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl bằng phương pháp cho dầu thực vật đã epoxy hóa phản ứng với chất có nhóm chức hydroxyl với sự có mặt của chất xúc tác axit để tạo ra polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl, và cho polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl này phản ứng với thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen với sự có mặt của chất khơi mào để tạo ra copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl, và c) trộn nhũ tương latec và copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl này để tạo ra chế phẩm phủ. Chế phẩm phủ này có thể không vẫn đục hoặc vẫn đục ở mức tối thiểu, không hút màu hoặc hút màu ở mức tối thiểu, và độ bám dính có thể chấp nhận được về mặt thương mại.

Sáng chế cũng đề xuất nền được phủ bằng chế phẩm phủ theo sáng chế. Trong một số phương án thực hiện, nền là hộp hoặc vật liệu bao gói.

Mô tả chi tiết sáng chế

Như được sử dụng trong các phương án nêu trên và các phương án khác trong phần mô tả và yêu cầu bảo hộ của sáng chế, các thuật ngữ sau thường có nghĩa như được chỉ ra, nhưng những nghĩa này không giới hạn phạm vi của sáng chế nếu hiệu

quả của sáng chế có thể đạt được bằng cách suy rộng hơn nghĩa của các thuật ngữ theo sau.

Các ví dụ được nêu ra trong phần mô tả này chỉ nhằm mục đích minh họa, không giới hạn phạm vi của sáng chế.

Sáng chế đề xuất nên được phủ ít nhất một phần bằng chế phẩm phủ theo sáng chế và phương pháp phủ nên này. Thuật ngữ “nền” được sử dụng trong bản mô tả này bao gồm, ví dụ, lon, lon kim loại, vật liệu bao gói, đồ chứa, đồ đựng, hoặc các phần bất kỳ của chúng được sử dụng để giữ, chạm vào hoặc tiếp xúc với dạng 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, “nắp lon”, có thể được đập nguyên liệu nắp lon và được sử dụng trong vật liệu bao gói của đồ uống.

Sáng chế cũng đề xuất chế phẩm phủ bao gồm: a) copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl; b) nhũ tương latec; và c) chất tạo liên kết ngang, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa chất tạo liên kết ngang và copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl nằm trong khoảng từ 5:1 đến 2:1, và trong đó tỷ lệ khối lượng giữa nhũ tương latec và copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl nằm trong khoảng từ 4:1 đến 2:1. Tỷ lệ khối lượng giữa chất tạo liên kết ngang và copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl có thể nằm trong khoảng từ 5:1 đến 2:1. Tỷ lệ khối lượng giữa nhũ tương latec và copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl có thể nằm trong khoảng từ 4:1 đến 2:1. Các tỷ lệ khối lượng này có thể làm giảm lượng chất chiết ra và do đó làm giảm lượng chất tạo hương vị. Trong một số phương án thực hiện, chế phẩm phủ theo sáng chế chứa đến 12pph copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl và/hoặc đến 50pph hợp chất phenol.

Phương pháp điều chế chế phẩm phủ có thể bao gồm các bước a) điều chế nhũ tương latec bằng phương pháp bao gồm bước trộn thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen trong chất mang để tạo ra monome nhũ tương, và cho monome nhũ tương này phản ứng với chất khơi mào để tạo ra nhũ tương latec, b) điều chế copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl bằng phương pháp cho dầu thực vật đã epoxy hóa phản ứng với chất có nhóm chức hydroxyl với sự có mặt của chất xúc tác axit để tạo ra polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl, và cho polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl này phản ứng với thành phần monome có liên kết chưa bão hòa

kiểu etylen với sự có mặt của chất khơi mào để tạo ra copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl, và c) trộn nhũ tương latec và copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl này để tạo ra chế phẩm phủ. Trong một số phương án thực hiện, nhũ tương latec được cho phản ứng với chất làm trung hòa. Nhũ tương latec có thể có trị số axit ít nhất là 35 tính theo hàm lượng chất rắn của latec.

Trong một số phương án thực hiện, nhũ tương latec được sử dụng trong sáng chế được điều chế bằng kỹ thuật đã biết trong lĩnh vực này, ví dụ, kỹ thuật polyme hoá dịch huyền phù, kỹ thuật polyme hoá bề mặt chung, và kỹ thuật polyme hoá nhũ tương. Kỹ thuật polyme hoá nhũ tương để điều chế nhũ tương latec từ các thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen là đã biết trong lĩnh vực polyme, ví dụ như kỹ thuật nhũ tương latec thường được sử dụng trong các quy trình theo mẻ xử lý một lần hoặc xử lý nhiều lần, và các quy trình liên tục. Nếu muốn, hỗn hợp thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen có thể được điều chế và bổ sung từ từ vào bình polyme hoá. Ví dụ về chế phẩm chứa thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen trong bình polyme hoá có thể được thay đổi trong quá trình polyme hoá, như bằng cách thay đổi chế phẩm chứa thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen được nạp vào bình. Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, cả kỹ thuật polyme hoá một giai đoạn lẫn nhiều giai đoạn đều có thể được sử dụng. Trong một số phương án thực hiện, nhũ tương latec được điều chế bằng cách sử dụng nhũ tương polyme mầm để kiểm soát số lượng hạt được tạo ra bằng phương pháp polyme hoá nhũ tương như đã biết trong lĩnh vực này. Trong một số phương án thực hiện, cỡ hạt của các hạt polyme latec được kiểm soát bằng cách điều chỉnh điện tích của chất hoạt động bề mặt ban đầu.

Trong các phương án khác nhau, thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen được sử dụng để tạo ra nhũ tương latec có thể bao gồm một monome hoặc hỗn hợp chứa các monome. Trong một số phương án thực hiện, thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 2% đến 50% tính theo tổng hỗn hợp. Thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen có thể bao gồm, ví dụ, một hoặc nhiều vinyl monome, monome acrylic, monome allylic, monomeacrylamit, các este vinyl bao gồm, ví dụ, vinyl axetat, vinyl propionat, vinyl butyrat, vinyl benzoat, vinyl isopropyl axetat, và các este vinyl tương tự, vinyl halogenua bao gồm, ví dụ, vinylclorua, vinyl florua và vinyliden clorua, vinyl

hydrocacbon thơm bao gồm ví dụ, styren, metyl styren và alkyl styren thấp hơn tương tự, clostyren, vinyl toluen, vinyl naphtalen, monome vinyl hydrocacbon béo bao gồm ví dụ, alpha olefin như etylen, propylen, isobutylen, và xyclohexen, cũng như các diene liên hợp như 1,3-butadien, metyl-2-butadien, 1,3-piperylen, 2,3 đimetyl butadien, isopren, xyclohexan, xyclopentadien, đixyclopentadien, hợp chất axetoaxetat bao gồm, ví dụ, axetoaxetoxyl etyl metacrylat, và hỗn hợp của chúng. Các ete vinyl alkyl có thể bao gồm, ví dụ, metyl vinyl ete, isopropyl vinyl ete, n-butyl vinyl ete, isobutyl vinyl ete, và hỗn hợp của chúng. Ví dụ về monome acrylic có thể bao gồm, ví dụ, monome như các este alkyl thấp hơn của axit acrylic hoặc metacrylic có phần alkyl este ngoài metyl hoặc etyl chứa 3 đến 10 nguyên tử cacbon, cũng như các dẫn xuất thơm của axit acrylic và metacrylic. Ví dụ về monome acrylic có thể bao gồm butyl acrylat và metacrylat, propylacrylat và metacrylat, 2-etyl hexyl acrylat và metacrylat, xyclohexyl acrylat và metacrylat, đexyl acrylat và metacrylat, isodexylacrylat và metacrylat, benzylacrylat và metacrylat, butan diol đimetylacrylat, các ete glycidyl khác nhau được cho phản ứng với axit acrylic và metacrylic, hydroxyl alkyl acrylat và metacrylat như, ví dụ, hydroxyetyl và hydroxy propylacrylat và metacrylat, và amino acrylat và metacrylat, và hỗn hợp của chúng.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, nhũ tương latec có thể bao gồm axit metacrylic (MAA) với mức cao hơn và/hoặc glyxerin đimetylacrylat (GDMA) với mức cao hơn so với nhũ tương latec thông thường có thể sử dụng dưới 5pph axitmetacrylic và dưới 3pph glycidyl metacrylat. Ví dụ về nhũ tương latec theo sáng chế, bao gồm thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen có từ 5 đến 13pph axit metacrylic và từ 3 đến 12pph glyxerin đimetylacrylat. Ngoài ra, nhũ tương latec theo sáng chế có thể có cỡ hạt lớn hơn so với cỡ hạt nằm trong khoảng từ 80 đến 100 nm của một số latec thông thường. Ví dụ về nhũ tương latec theo sáng chế, có thể bao gồm nhũ tương có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 250 đến 350 nm. Sự kết hợp của axit metacrylic và glycidyl metacrylat với mức cao hơn và latec với cỡ hạt lớn hơn có thể giúp cải thiện quá trình tán phun và độ phủ, giảm tạo ra phòng rộp và duy trì độ bền bao bì.

Trong một số phương án thực hiện, thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen được sử dụng để tạo ra nhũ tương latec bao gồm ít nhất một thành phần chứa nhiều monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen có tác dụng làm tăng

khối lượng phân tử và polyme liên kết ngang. Ví dụ về thành phần chứa nhiều monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen bao gồm alyl (met)acrylat, tripropylen glycol đi(met)acrylat, dietylen glycol đi(met)acrylat, etylen glycol đi(met)acrylat, 1,6-hexandiol đi(met)acrylat, 1,3-butylen glycol (met)acrylat, polyalkylen glycol đi(met)acrylat, dialylphtalat, trimetylolpropan tri(met)acrylat, đivinylbenzen, đivinyltoluen, trivinylbenzen, đivinylnaphtalen, và hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, thành phần chứa nhiều monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5%.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen được sử dụng để tạo ra nhũ tương latec được trộn với chất ổn định bao gồm axit mạnh để tạo ra monome nhũ tương. Trong phương án tùy chọn, bazơ có mặt trong hỗn hợp. Trong một số phương án thực hiện, chất ổn định có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 2,0% tính theo khối lượng chất rắn polyme.

Ví dụ về chất ổn định, có thể bao gồm axit mạnh, ví dụ, axit dodecylbenzen sulfonic, axit dinonylnaphtalen sulfonic, axit dinonylnaphtylendisulfonic, axit bis(2-ethylhexyl) sulfosuxinic và các axit tương tự, cũng như hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, axit mạnh là axit có hằng số phân ly trong dung dịch nước, pK nhỏ hơn 4. Trong một số phương án thực hiện, axit mạnh có chất kỵ nước được gắn vào axit. Trong một số phương án thực hiện, axit mạnh có ít nhất khoảng sáu nguyên tử cacbon.

Ví dụ về bazơ, bao gồm amoniac, dimetyletanolamin, 2-dimetylamino-2-metyl-1-propanol, và hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, bazơ có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 50% đến 100%mol chất ổn định.

Trong một số phương án thực hiện, chất mang được sử dụng để tạo ra nhũ tương latec bao gồm, ví dụ, nước, đồng dung môi dễ tan trong nước, và hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, chất mang có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 50% đến 90% tổng lượng nhũ tương latec.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, monome nhũ tương được cho phản ứng với một hoặc nhiều chất khơi mào để tạo ra nhũ tương latec. Ví dụ về chất khơi mào, có thể bao gồm chất khơi mào phân hủy nhiệt ở nhiệt độ polyme hoá để tạo

ra các gốc tự do. Ví dụ về chất khơi mào bao gồm, ví dụ, cả loại không tan trong nước và loại dễ tan trong nước, cũng như hỗn hợp của chúng. Ví dụ về chất khơi mào sinh ra gốc tự do, có thể bao gồm persulfat, ví dụ, amoni hoặc kim loại kiềm (kali, natri hoặc lithi) persulfat, các hợp chất azo như, ví dụ, 2,2'-azo-bis(isobutyronitril), 2,2'-azo-bis(2,4-đimethylvaleronitril), và 1-t-butyl-azoxyano-xyclohexan), hydroperoxit như, ví dụ, t-butylhydroperoxit và cumen hydroperoxit, peroxit như, ví dụ, benzoyl peroxit, caprylyl peroxit, di-t-butyl peroxit, etyl 3,3'-di(t-butylperoxy)butyrat, etyl 3,3'-di(t-amylperoxy) butyrat, t-amylperoxy-2-etyl hexanoat, và t-butyl peroxy pivilat, pereste như, ví dụ, t-butyl peraxetat, t-butyl perphtalat, và t-butyl perbenzoat, percacbonat, ví dụ như di(1-xyano-1-metylety)peroxy dicacbonat, perphosphat, và các hợp chất tương tự cũng như hỗn hợp của chúng.

Trong một số phương án thực hiện, ví dụ về chất khơi mào được sử dụng riêng rẽ hoặc làm thành phần oxy hóa của hệ oxy hóa khử, có thể bao gồm, ví dụ, thành phần khử như axit ascorbic, axit malic, axit glycolic, axit oxalic, axit lactic, axit thioglycolic, hoặc sulfít kim loại kiềm, ví dụ, hydrosulfit, hyposulfit hoặc metabisulfit, ví dụ, natri hydrosulfit, kali hyposulfit và kali metabisulfit, natri formaldehyt sulfoxylat, hoặc hỗn hợp của chúng. Thành phần khử có thể được dùng để chỉ chất tăng tốc hoặc chất hoạt hóa xúc tác.

Chất khơi mào và chất tăng tốc, còn được gọi là hệ chất khơi mào, được sử dụng trong một số phương án thực hiện với tỷ lệ nằm trong khoảng, từ 0,001% đến 5% khối lượng thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen được copolyme hóa trong quá trình tạo thành nhũ tương latec. Trong một số phương án thực hiện, chất trợ xúc tác như, ví dụ, các muối clorua và sulfat của coban, sắt, niken hoặc đồng được tùy ý sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 200 phần triệu. Ví dụ về hệ xúc tác oxy hóa khử bao gồm ví dụ, tert-butyl hydroperoxit/natri formaldehyt sulfoxylat/Fe(II), và amonipersulfat/natri bisulfit/natri hydrosulfit/Fe(II), và hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, nhiệt độ polyme hoá nằm trong khoảng từ nhiệt độ phòng đến 90°C, và nhiệt độ này có thể được tối ưu hóa với hệ chất khơi mào được sử dụng như thông thường đã biết.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, việc kết tụ các hạt latecpolyme được giới hạn bằng cách đưa chất hoạt động bề mặt làm ổn định trong quá trình polyme hoá. Ví dụ, các hạt latec đang lớn lên có thể được ổn định trong quá trình

polyme hoá nhũ tương bằng một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt như, ví dụ, axitđodexylbenzen sulfonic, chất hoạt động bề mặt anion hoặc không ion, hoặc hỗn hợp của chúng, như đã biết trong lĩnh vực polyme hoá. Trong một số phương án thực hiện, dạng khác của chất ổn định như, ví dụ, chất keo bảo vệ có thể được sử dụng. Nói chung, các chất hoạt động bề mặt anion, thông thường với các chất hoạt động bề mặt kim loại, không ion chứa mạch polyetylen và chất keo bảo vệ khác có xu hướng truyền tính nhạy nước cho màng được tạo ra. Trong một số phương án của sáng chế, người ta có thể muốn giảm đến tối thiểu hoặc tránh sử dụng các chất hoạt động bề mặt anion và không ion thông thường. Trong một số phương án, chất hoạt động bề mặt làm ổn định được sử dụng trong quá trình polyme hoá mầm.

Trong một số phương án thực hiện sáng chế, chất chuyển mạch được sử dụng để kiểm soát khối lượng phân tử của nhũ tương latec. Ví dụ về chất chuyển mạch có thể bao gồm mercaptan, polymercaptan, các hợp chất polyhalogen, alkyl mercaptan như, ví dụ, etyl mercaptan, n-propyl mercaptan, n-butyl mercaptan, isobutylptan, t-amylmercaptan, t-butyl mercaptan, n-amyl mercaptan, isoamyl mercamercaptan, n-hexyl mercaptan, xyclohexyl mercaptan, n-octyl mercaptan, n-đexyl mercaptan, n-đodexyl mercaptan, axit mercapto carboxylic và các este của chúng, ví dụ, metyl mercaptopropionat và axit 3-mercaptopropionic, rượu như, ví dụ, isopropanol, isobutanol, rượu laurylic, và rượu t-octylic, các hợp chất được halogen hóa như, ví dụ, cacbon tetracloerua, tetracloetylen, triclo-brometan và hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, từ 0 đến 10% khối lượng hỗn hợp thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen được sử dụng. Trong một số phương án thực hiện, khối lượng phân tử của nhũ tương latec có thể được kiểm soát bằng kỹ thuật đã biết trong lĩnh vực này, ví dụ, bởi tỷ lệ giữa chất khơi mào và thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen.

Trong một số phương án thực hiện, hệ chất khơi mào và/hoặc chất chuyển mạch được hoà tan hoặc được phân tán trong nhiều môi trường lỏng riêng hoặc trong cùng một môi trường lỏng, sau đó được bổ sung từ từ vào bình polyme hoá. Trong một số phương án thực hiện, thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen được sử dụng để tạo ra nhũ tương latec, nguyên chất hoặc được hoà tan hoặc được phân tán trong môi trường lỏng, được đồng thời bổ sung chất xúc tác và/hoặc chất chuyển mạch. Chất xúc tác được thêm vào quá trình polyme hoá hỗn hợp để "đuổi" ("chase")

monome còn lại sau khi quá trình polyme hoá cơ bản hoàn thành để polyme hóa monome còn lại là đã biết trong lĩnh vực polyme hoá.

Trong một số phương án thực hiện, hỗn hợp monome bổ sung chứa thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen và chất ổn định được thêm vào monome nhũ tương được sử dụng để tạo ra nhũ tương latec. Trong phương án tùy chọn, bazơ có mặt trong hỗn hợp monome bổ sung. Trong một số phương án thực hiện, hỗn hợp monome bổ sung có thể được thêm vào monome nhũ tương trước khi thêm chất khơi mào, sau khi thêm chất khơi mào, hoặc cả trước lẫn sau khi thêm chất khơi mào. Chế phẩm chứa thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen, chất ổn định và bazơ trong hỗn hợp monome bổ sung có thể là giống hoặc khác với chế phẩm chứa các thành phần này trong monome nhũ tương.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, nhũ tương latec có thể được cho phản ứng với chất làm trung hòa. Trong một số phương án thực hiện, phản ứng xảy ra với sự có mặt của dung môi. Ví dụ về dung môi, có thể bao gồm xeton, dung môi thơm, dung môi este, dung môi có nhóm chức hydroxyl, hoặc hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, dung môi có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0% đến 90% khối lượng chất rắn polyme.

Trong một số phương án thực hiện, ví dụ về chất làm trung hòa, có thể bao gồm, ví dụ, amoniac, amin bậc ba như đimetyletanolamin, 2-đimetylamin-2-metyl-1-propanol tributylamin, hoặc hỗn hợp của chúng. Ví dụ về chất làm trung hòa, có thể được dùng với lượng nằm trong khoảng từ 0% đến 100% tính theo lượng axit được trung hoà trong hệ.

Nhũ tương latec, copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl 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, ví dụ, chất phụ gia để kiểm soát bọt, giảm cân bằng và sức căng bề mặt động, kiểm soát lưu biến và độ trơn bề mặt. Lượng này có thể thay đổi tùy thuộc vào ứng dụng phủ và tính năng mong muốn theo cách bất kỳ đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này.

Copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl theo sáng chế có thể được điều chế bằng cách cho dầu thực vật đã epoxy hóa phản ứng với chất có nhóm chức hydroxyl với sự có mặt của chất xúc tác axit để tạo ra polyol gốc dầu có nhóm

chức hydroxyl, và cho polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl này phản ứng với thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen với sự có mặt của chất khơi mào để tạo ra copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl. Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl được liên kết ngang với chất tạo liên kết ngang.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, ví dụ về copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl, có thể bao gồm thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen bao gồm, ví dụ, monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen không có nhóm chức như butyl acrylat, metyl metacrylat, styren, và các hợp chất tương tự, và tùy ý với lượng monome có nhóm chức ít hơn như hydroxy propyl metacrylat, hydroxy etyl acrylat, glycidyl metacrylat, axit acrylic, axit metacrylic và các hợp chất tương tự, cũng như hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, monome có nhóm chức hydroxyl được bổ sung ở mức nằm trong khoảng từ 0% đến 30% khối lượng hỗn hợp thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen, và monome có nhóm chức axit được bổ sung với mức nằm trong khoảng từ 0% đến 30% khối lượng hỗn hợp thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl có thể chứa monome có nhóm chức hydroxyl và/hoặc monome không có nhóm chức nêu trên, với các mức cao hơn của monome có nhóm chức axit để làm cho chế phẩm có thể phân tán trong nước. Trong một số phương án thực hiện, từ 10% đến 50% khối lượng hỗn hợp thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen là monome có nhóm chức axit. Trong một số phương án thực hiện, monome có nhóm chức axit là axit metacrylic. Trong trường hợp đó, copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl có thể được nghịch chuyển thành nước bằng cách bổ sung bazơ trung hòa, ví dụ, amoniac hoặc amin bậc ba như, ví dụ, đimetyl etanol amin, và nước. Trong một số phương án thực hiện, NV cuối (hàm lượng chất không bay hơi theo khối lượng) nằm trong khoảng từ 15% đến 40% khối lượng.

Dầu thực vật đã epoxy hóa có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc cùng với dầu thực vật đã epoxy hóa khác. Ví dụ về dầu thực vật đã epoxy hóa, có thể được điều chế từ dầu thực vật bằng cách bổ sung hydro peroxit và axit formic hoặc axit axetic vào dầu

thực vật, và tiếp theo là giữ hỗn hợp này ở nhiệt độ tăng cho đến khi một số hoặc toàn bộ các liên kết đôi cacbon-cacbon được chuyển hóa thành nhóm epoxit.

Dầu thực vật chủ yếu chứa glyxerit là các trieste của glyxerin và axit béo với mức chưa bão hòa thay đổi. Ví dụ về dầu thực vật đã epoxy hóa để sử dụng theo sáng chế, có thể được điều chế từ dầu thực vật (triglyxerit của axit béo) như, ví dụ, các este của glyxerin và axit béo có mạch alkyl có 12 đến 24 nguyên tử cacbon. Axit glyxerit béo là triglyxerit trong dầu glyxerit chưa bão hòa thường được dùng để chỉ dầu khô hoặc dầu bán khô. Ví dụ về dầu khô, có thể bao gồm dầu hạt lanh, dầu cây tía tô và hỗn hợp của chúng, trong khi dầu bán khô có thể bao gồm, ví dụ, dầu nhựa thông, dầu đậu tương, dầu cây rum và hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, dầu triglyxerit có các mạch axit béo giống nhau hoặc trong phương án khác có mạch axit béo khác nhau được gắn vào cùng phân tử glyxerin. Trong một số phương án thực hiện, dầu có mạch axit béo chứa các liên kết đôi không liên hợp. Trong một số phương án thực hiện, mạch axit béo có một liên kết đôi hoặc liên kết đôi liên hợp được sử dụng với lượng nhỏ. Mức chưa bão hòa của liên kết đôi trong glyxerit có thể được đo bằng trị số (chỉ số) iod, là đại lượng chỉ ra mức độ chưa bão hòa của liên kết đôi trong mạch axit béo. Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, dầu glyxerit của axit béo chưa bão hòa được sử dụng có trị số iod lớn hơn 25 và trong phương án khác trị số này nằm trong khoảng từ 100 đến 210.

Ví dụ về dầu thực vật tự nhiên được sử dụng theo sáng chế, có thể là hỗn hợp mạch axit béo có mặt dưới dạng glyxerit, và có thể bao gồm, ví dụ, sự phân bố của các este của axit béo của glyxerit, trong đó sự phân bố axit béo có thể là ngẫu nhiên nhưng nằm trong khoảng đã định có thể thay đổi nhẹ tùy thuộc vào các điều kiện sinh trưởng của nguồn thực vật. Trong một số phương án thực hiện, dầu đậu tương được sử dụng chứa khoảng 11% axit palmitic, khoảng 4% axit stearic, khoảng 25% axit oleic, khoảng 51% axit linolenic, và khoảng 9% axit linoleic béo trong đó axit oleic, linoleic và linolenic là axit béo chưa bão hòa. Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, dầu thực vật chưa bão hòa được sử dụng có thể bao gồm, ví dụ, dầu glyxerit chứa este glyxerit của axit béo chưa bão hòa không liên hợp như, ví dụ, axit linoleic và axit linolenic béo.

Dầu glyxerit chưa bão hòa có thể bao gồm, ví dụ, dầu ngô, dầu hạt bông, dầu cải, dầu hạt cây gai dầu, dầu hạt lanh, dầu cây mù tạc dại, dầu lạc, dầu tía tô, dầu hạt

anh túc, dầu hạt nho, dầu rum, dầu vừng, dầu đậu tương, dầu hướng dương, dầu hạt cải, dầu nhựa thông, và hỗn hợp của chúng. Ví dụ về axit glyxerit béo để sử dụng theo sáng chế có thể bao gồm axit béo chứa mạch axit linoleic và axit linolenic béo, dầu như, ví dụ, dầu hạt cây gai dầu, dầu hạt lanh, dầu tía tô, dầu hạt anh túc, dầu rum, dầu đậu tương, dầu hướng dương, dầu hạt cải, dầu nhựa thông, dầu cải, dầu hạt bông, dầu ngô, và dầu tương tự chứa mức cao glyxerit của axit linoleic và axit linolenic béo. Trong một số phương án thực hiện, glyxerit có thể chứa axit béo bão hòa với lượng ít hơn. Ví dụ về dầu đậu tương có thể được sử dụng chủ yếu chứa glyxerit của axit linoleic và axit linolenic béo. Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, dạng kết hợp của dầu như vậy có thể được sử dụng. Ví dụ về dầu thực vật có thể đã được epoxy hóa một phần hoặc toàn bộ bằng các quy trình đã biết bằng cách sử dụng axit như, ví dụ, axit peroxy để epoxy hoá các liên kết đôi chưa bão hòa của dầu thực vật chưa bão hòa. Trong một số phương án thực hiện, dầu glyxerit chưa bão hòa được sử dụng có thể bao gồm mono-, di-glyxerit và hỗn hợp của chúng với tri-glyxerit hoặc các este của axit béo của axit béo bão hòa và chưa bão hòa.

Trong một số phương án thực hiện, dầu thực vật đã epoxy hóa có thể chứa dầu ngô, dầu hạt bông, dầu cải, dầu hạt cây gai dầu, dầu hạt lanh, dầu cây mù tạc dại, dầu lạc, dầu tía tô, dầu hạt anh túc, dầu hạt nho, dầu rum, dầu vừng, dầu đậu tương, dầu hướng dương, dầu hạt cải, dầu nhựa thông, este của axit béo monoglyxerit hoặc diglyxerit của dầu như vậy, hoặc hỗn hợp của chúng.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, các nguồn dầu thực vật đã epoxy hóa hiện đang bán trên thị trường được sử dụng, ví dụ, như dầu đậu tương epoxy hóa được bán với các tên thương mại "VIKOLOX" và "VIKOFLEX 7170" mua từ Arkema, Inc, "DRAPEX 6,8" mua từ Chemtura Corporation, và "PLAS-CHECK 775" mua từ Ferro Corp. Ví dụ về dầu thực vật đã epoxy hóa khác để sử dụng theo sáng chế, có thể bao gồm dầu hạt lanh đã được epoxy hóa được bán với các tên thương mại "VIKOFLEX 7190" mua từ Arkema, Inc, và DRAPEX 10,4" mua từ Chemtura Corporation, dầu hạt bông đã được epoxy hóa, dầu hồng hoa đã được epoxy hóa và hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, dầu đậu tương epoxy hóa được sử dụng.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, chất có nhóm chức hydroxyl có thể bao gồm, ví dụ, propylen glycol, etylen glycol, 1,3-propan diol, neopentyl

glycol, trimetylol propan, dietylen glycol, polyete glycol, polyeste, polycacbonat, polyolefin, polyolefin có nhóm chức hydroxyl, hoặc hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, chất có nhóm chức hydroxyl có thể bao gồm rượu, ví dụ như n-butanol, 2-etyl hexanol, rượu benzylic, và các rượu tương tự, riêng rẽ, hoặc cùng với diol hoặc polyol.

Trong một số phương án thực hiện, chất có nhóm chức hydroxyl có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 1:99 đến 95:5 theo tỷ lệ khối lượng giữa chất có nhóm chức hydroxyl và dầu thực vật đã epoxy hóa, và trong phương án khác lượng này nằm trong khoảng từ 5:95 đến 40:60. Trong một số phương án thực hiện, tỷ lệ đương lượng giữa nhóm chức hydroxyl của chất có nhóm chức hydroxyl và nhóm chức oxiran trong dầu thực vật đã epoxy hóa nằm trong khoảng từ 0,1:1 đến 3:1. Trong một số phương án thực hiện, tỷ lệ đương lượng giữa nhóm chức hydroxyl và nhóm chức oxiran trong dầu thực vật đã epoxy hóa nằm trong khoảng từ 0,2:1 đến 3:1. Trong một số phương án thực hiện, tỷ lệ đương lượng giữa nhóm chức hydroxyl và nhóm chức oxiran trong dầu thực vật đã epoxy hóa là khoảng 0,2:1.

Ví dụ về chất xúc tác axit có thể được sử dụng để tạo điều kiện thuận lợi cho phản ứng của dầu thực vật đã epoxy hóa với chất có nhóm chức hydroxyl có thể là chất xúc tác axit mạnh như một hoặc nhiều axit sulfonic hoặc axit mạnh khác (axit có độ pKa bằng hoặc nhỏ hơn 3), axit triflic, muối triflat của kim loại thuộc nhóm IIA, IIB, IIIA, IIIB hoặc VIIIA của bảng hệ thống tuần hoàn các nguyên tố hóa học (theo Hiệp hội IUPAC 1970), hỗn hợp chứa các muối triflat này, hoặc hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, lượng chất xúc tác axit có thể nằm trong khoảng từ 1ppm đến 10000ppm, và trong phương án khác lượng này nằm trong khoảng từ 10ppm đến 1000ppm, tính theo tổng khối lượng hỗn hợp phản ứng. Ví dụ về chất xúc tác, có thể bao gồm chất xúc tác kim loại triflat thuộc nhóm IIA như, ví dụ, magie triflat, chất xúc tác kim loại triflat thuộc nhóm IIB như, ví dụ, kẽm và cadimi triflat, chất xúc tác kim loại triflat thuộc nhóm IIIA như, ví dụ, lantan triflat, chất xúc tác kim loại triflat thuộc nhóm IIIB như ví dụ, nhôm triflat, và chất xúc tác kim loại triflat thuộc nhóm VIIIA như, ví dụ, coban triflat, và hỗn hợp của chúng. Ví dụ về lượng chất xúc tác kim loại triflat có thể thay đổi trong khoảng từ 10 đến 1.000ppm, trong phương án khác nằm trong khoảng từ 10 đến 200ppm, tính theo tổng khối lượng hỗn hợp phản ứng. Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, chất xúc tác kim loại triflat được

được dùng dưới dạng dung dịch trong dung môi hữu cơ. Ví dụ về dung môi có thể bao gồm, ví dụ, nước, các rượu như n-butanol, etanol, propanol, và các rượu tương tự, cũng như dung môi hydrocacbon thơm, dung môi vòng béo phân cực như vòng béo xeton (ví dụ cyclohexanon), dung môi béo phân cực như alkoxyalkanol, 2-metoxyetanol, dung môi không có nhóm chức hydroxyl, và hỗn hợp của chúng.

Trong một số phương án thực hiện, dầu thực vật đã epoxy hóa và chất có nhóm chức hydroxyl được đun nóng với sự có mặt của chất xúc tác axit đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 200°C. Tùy ý, dung môi có thể được đưa vào quá trình tổng hợp dầu thực vật đã epoxy hóa và chất có nhóm chức hydroxyl để giúp kiểm soát độ nhớt. Trong một số phương án thực hiện, ví dụ về dung môi, có thể bao gồm xeton như, ví dụ, metyl amyl xeton, dung môi thơm như, ví dụ, xylen hoặc Aromatic 100, dung môi este hoặc dung môi không có nhóm chức hydroxyl khác, hoặc hỗn hợp của chúng. Theo các phương án khác nhau theo sáng chế, có thể dùng lượng dung môi nằm trong khoảng từ 0% đến 90% tính theo tổng khối lượng hỗn hợp phản ứng, và trong phương án khác có thể dùng lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 30%. Trong một số phương án thực hiện, sau khoảng 2 đến 3 giờ mức tiêu thụ nhóm epoxit có thể lớn hơn 90%. Dung môi được chọn từ các dung môi nêu trên cũng như các dung môi khác bao gồm, ví dụ, dung môi có nhóm chức hydroxyl có thể được bổ sung khi làm nguội. Trong một số phương án thực hiện, mong muốn có NV (hàm lượng chất không bay hơi theo khối lượng) cuối nằm trong khoảng từ 30 đến 80.

Trong một số phương án thực hiện, thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen và chất khơi mào được cho phản ứng với polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl để tạo ra copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl. Thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen và chất khơi mào có thể được bổ sung sau khi polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl được làm nguội. Trong một số phương án thực hiện, thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen và chất khơi mào được thêm vào trong thời gian khoảng 2 giờ. Trong một số phương án thực hiện, sản phẩm phản ứng của polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl, thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen và chất khơi mào được làm nguội sau khi giữ khoảng 1 giờ để tạo ra copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl.

Thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen được sử dụng để tạo ra copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl có thể bao gồm một

monome hoặc hỗn hợp nhiều monome. Ví dụ về thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen, có thể bao gồm, ví dụ, một hoặc nhiều hoặc hỗn hợp của monome vinyl, monome acrylic, monome allylic, monome acrylamit, các este vinyl bao gồm, ví dụ, vinyl axetat, vinyl propionat, vinyl butyrat, vinyl benzoat, vinyl isopropyl axetat, và các este vinyl tương tự, vinyl halogenua bao gồm, ví dụ, vinyl clorua, vinyl florua và vinyliden clorua, vinyl hydrocacbon thơm bao gồm, ví dụ, styren metyl styren và alkyl styren thấp hơn tương tự, clostyren, vinyl toluen, vinyl naphthalen, monome vinyl hydrocacbon béo bao gồm, ví dụ, alpha olefin như etylen, propylen, isobutylen, và xyclohexen, cũng như các diên liên hợp như, ví dụ, 1,3-butadien, metyl-2-butadien, 1,3-piperylen, 2,3 dimetyl butadien, izopren, xyclohexan, xyclopentadien, đixyclopentadien, hoặc hỗn hợp của chúng. Các ete vinyl alkyl có thể bao gồm, ví dụ, metyl vinyl ete, isopropyl vinyl ete, n-butyl vinyl ete, isobutyl vinyl ete, hoặc hỗn hợp của chúng. Ví dụ về monome acrylic, có thể bao gồm, ví dụ, monome như các este alkyl thấp hơn của axit acrylic hoặc metacrylic có phần alkyl este chứa từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, cũng như các dẫn xuất thơm của axit acrylic và metacrylic, cũng như hỗn hợp của chúng. Ví dụ về monome acrylic, có thể bao gồm metyl acrylat và metacrylat, etyl acrylat và metacrylat, butyl acrylat và metacrylat, propyl acrylat và metacrylat, 2-etyl hexyl acrylat và metacrylat, xyclohexyl acrylat và metacrylat, đexyl acrylat và metacrylat, isodexylacrylat và metacrylat, benzyl acrylat và metacrylat, các ete glycidyl khác nhau được cho phản ứng với axit acrylic và metacrylic, hydroxyl alkyl acrylat và metacrylat như, ví dụ, hydroxyetyl và hydroxy propyl acrylat và metacrylat, glycidyl acrylat và metacrylat, và amino acrylat và metacrylat, hoặc hỗn hợp của chúng.

Trong một số phương án thực hiện, tỷ lệ khối lượng giữa thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen và polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl nằm trong khoảng từ 1:99 đến 99:1, trong phương án khác tỷ lệ này nằm trong khoảng từ 5:95 đến 95:5, và trong phương án khác tỷ lệ này nằm trong khoảng từ 30:70 đến 70:30.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, chất khơi mào khác nhau có thể được dùng riêng rẽ hoặc kết hợp. Trong một số phương án thực hiện, chất khơi mào với hiệu quả ghép cao được sử dụng. Ví dụ về chất khơi mào, có thể bao gồm, ví dụ, các hợp chất azo như 2-2'-azo-bis(isobutyronitril), 2,2'-azo-bis(2,4-

dimethylvaleronitril), và 1-t-butyl-azoxyanoxyclohexan), ví dụ về hydroperoxit, như t-butyl hydroperoxit và cumen hydroperoxit, ví dụ về peroxit, như benzoyl peroxit, caprylyl peroxit, di-t-butyl peroxit, etyl 3,3'-di(t-butylperoxy) butyrat, etyl 3,3'-di(t-amylperoxy) butyrat, t-amylperoxy-2-etyl hexanoat, 1,1,3,3-tetrametylbutyl-peroxy-2-etylhexanoat, và t-butylperoxy pivilat, ví dụ về pereste như t-butyl peraxetat, t-butyl perphtalat, và t-butyl perbenzoat, cũng như percacbonat di(1-xyano-1-metyletyl)peroxy đicacbonat, perphosphat, t-butyl peroctoat, và các hợp chất tương tự, cũng như hỗn hợp của chúng.

Trong một số phương án thực hiện, chất khơi mào có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 15%, và trong phương án khác lượng này nằm trong khoảng từ 1 đến 5% khối lượng hỗn hợp monome.

Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, nhiệt độ được chọn để ghép thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen có thể thay đổi theo chu kỳ bán rã của chất khơi mào được chọn. Ví dụ, ở 130°C t-butyl peroxy benzoat có thời gian bán rã là khoảng 30 phút và có thể được sử dụng để ghép. Trong một số phương án thực hiện theo sáng chế, dibenzoyl peroxit có thời gian bán rã là 30 phút ở 100°C, và 100°C có thể là nhiệt độ để ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl với dibenzoyl peroxit. Nói chung, tùy thuộc vào thời gian bán rã của chất khơi mào được sử dụng, phản ứng có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 200°C.

Trong một số phương án thực hiện, một hoặc nhiều hỗn hợp chứa chất khơi mào có hoặc không có dung môi có thể được thêm vào sau khi tạo thành copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl nhằm giảm lượng monome tự do. Chế phẩm của chất khơi mào và dung môi trong một hoặc nhiều hỗn hợp này có thể là giống hoặc khác so với chế phẩm chứa các thành phần này được sử dụng để tạo ra copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl.

Trong một số phương án thực hiện, copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl được trộn với chất tạo liên kết ngang. Danh mục không giới hạn phạm vi sáng chế về chất tạo liên kết ngang được sử dụng theo sáng chế bao gồm benzoguanamin, benzoguanamin formaldehyt, glycoluril, melamin formaldehyt, chất tạo liên kết ngang phenol, phenol formaldehyt, ure formaldehyt, isoxyanat, isoxyanat

có các gốc phản ứng bị chặn, và hỗn hợp của chúng. Chất tạo liên kết ngang latec bên trong bao gồm, ví dụ, 1,3-butandiol di(met)acrylat, 1,4-butandiol di(met)acrylat, etylen di(met)acrylat, etylen glycol di(met)acrylat, n-isobutoxymethanol acrylic, và hỗn hợp của chúng. Theo các phương án khác nhau, tỷ lệ giữa chất tạo liên kết ngang và copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl nằm trong khoảng từ 1:99 đến 90:10, và trong phương án khác tỷ lệ này nằm trong khoảng từ 5:95 đến 60:40. Trong phương án tùy chọn, việc phối trộn copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl và chất tạo liên kết ngang có thể xảy ra với sự có mặt của chất xúc tác hóa rắn. Ví dụ về chất xúc tác hóa rắn, có thể bao gồm axit dodecyl benzen sulfonic, axit p-toluen sulfonic, axit phosphoric, và các chất tương tự, cũng như hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, các polyme khác có thể được trộn, ví dụ, polyete, polyeste, polycacbonat, polyuretan và các polyme tương tự, cũng như hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án thực hiện, các điều kiện hóa rắn cho lớp phủ của vật liệu bao gói nằm trong khoảng từ 10 đến 60 giây ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 260 đến 316°C (500°F đến 600°F), và trong phương án khác nằm trong khoảng từ 1 phút đến 20 phút ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 121 đến 260°C (250°F đến 500°F).

Nhũ tương latec theo sáng chế có thể được trộn với copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl theo sáng chế để tạo ra chế phẩm phủ. Copolyme ghép gốc dầu có nhóm chức hydroxyl có thể hoạt động như chất hoạt động bề mặt polyme.

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, bao gồm, ví dụ, chất tạo dòng, chất hoạt động bề mặt, chất khử bọt, chất phụ gia chống ăn mòn, chất làm trơn, chất phụ gia chống thối bám vào, và chất xúc tác hóa rắn.

Trong một số phương án thực hiện, ví dụ về một hoặc nhiều chế phẩm phủ theo sáng chế được phủ lên nền, bao gồm lon, lon kim loại, vật liệu bao gói, đồ chứa, đồ đựng, nắp lon, hoặc các phần bất kỳ của chúng được sử dụng để lưu giữ hoặc chạm vào dạng thực phẩm hoặc đồ uống bất kỳ. Trong một số phương án thực hiện, ví dụ về một hoặc nhiều lớp phủ được phủ ngoài chế phẩm phủ theo sáng chế, 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, ví dụ, chế phẩm phủ có thể chứa khoảng từ 10% đến 30% khối lượng là chất rắn polyme so với khoảng từ 70% đến 90% là nước kể cả các chất dễ bay hơi khác, ví dụ như lượng dung môi ở mức tối thiểu, nếu muốn. Đối với một số ứng dụng, điển hình là các ứng dụng khác ngoài phun, ví dụ, thể dung dịch nước phân tán polyme, có thể chứa trong khoảng từ 20% đến 60% khối lượng là chất rắn polyme. Trong một số phương án thực hiện, dung môi hữu cơ được sử dụng để tạo điều kiện thuận lợi cho phương pháp phun hoặc các phương pháp phủ khác và các dung môi như vậy bao gồm, ví dụ, 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 có thể được nhuộm màu và/hoặc được làm mờ bằng chất màu và chất làm mờ đã biết. Đối với nhiều mục đích sử dụng, bao gồm sử dụng trong thực phẩm, ví dụ về chất màu là titan dioxit. Trong một số phương án thực hiện, dung dịch chế phẩm phủ có thể được phủ bằng phương pháp thông thường đã biết trong công nghiệp phủ. Do vậy, ví dụ về phương pháp phủ, bao gồm phun, lăn, nhúng, và phủ dòng chảy có thể được sử dụng đối với cả màng trong và màng màu. Trong một số phương án thực hiện, sau khi phủ lên nền, lớp phủ có thể được hóa rắn bằng nhiệt với nhiệt độ nằm 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.

Trong một số phương án thực hiện, đối với nền được dự định dùng làm đồ chứa cho đồ uống, chế phẩm phủ có thể được phủ với tỷ lệ nằm trong khoảng từ 0,5 đến 15 mg lớp phủ polyme cho mỗi inch vuông ($6,45\text{cm}^2$) của bề mặt nền. Trong một số phương án thực hiện, lớp phủ dễ phân tán trong nước được phủ ở độ dày nằm trong khoảng từ 1 đến 25 micron.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả thêm dựa vào các ví dụ sau. 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:

1150,0g nước khử khoáng được thêm vào 5,5g Aersol MA-80I, 1,0g amoni bicacbonat và 5,0g nước khử khoáng. Hỗn hợp này được đun nóng đến 78°C trong

điều kiện phun nitơ (nitrogen sparge). Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ (nitrogen blanket). 6,0g styren và 14,0g etyl acrylat được thêm vào, sau đó trộn trong 10 phút. 4,0g amoni persulfat và 18,0g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp thu được và giữ trong 20 phút. Sau khi giữ, 200,0g styren, 92g etyl acrylat, 30,0g metylmetacrylat, 20g 1,3-glyxerin đimetacrylat và 1,5g Monawet MT70 được nạp vào trong thời gian 100 phút. Tiếp theo, hỗn hợp nạp chứa 294,0g styren, 124g etyl acrylat, 60,0g axit metacrylic, 60,0g 1,3-glyxerin đimetacrylat, 100,0g axetoaxetoxi etyl acrylat, và 1,5g Monawet MT70 được nạp vào trong thời gian 110 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp này được giữ trong khoảng thời gian từ 10 đến 15 phút, sau đó hỗn hợp chứa 10,0g nước khử khoáng, 1,0g axit ascorbic và 0,0001g sắt sulfat được thêm vào và giữ trong 5 phút. Tiếp theo, 2,5g t-butyl perbenzoat và 10,0g nước khử khoáng được thêm vào và giữ trong 60 phút ở nhiệt độ 78°C. Tiếp theo, bơm được rửa bằng nước khử khoáng và 1300,0g nước khử khoáng được thêm vào mẻ này. Mẻ này được đun nóng lại đến 75°C và ở 75°C, 35,0g đimetyletanolamin và 300,0g nước khử khoáng được thêm vào. Hỗn hợp này được giữ ở 75°C trong 30 phút, sau đó được làm nguội đến 38°C và lọc.

Ví dụ 2:

1150,0g nước khử khoáng được thêm vào 5,5 g Aersol MA-80I, 1,0g amoni bicacbonat và 5,0g nước khử khoáng. Hỗn hợp này được đun nóng đến 78°C trong điều kiện phun nitơ. Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ. 6,0g styren và 14,0g etyl acrylat được bổ sung, sau đó trộn trong 10 phút. 4,0g amoni persulfat và 18,0g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp thu được và giữ trong 20 phút. Sau khi giữ, 200,0g styren, 120,0g etyl acrylat, 30,0g axit metacrylic và 1,5g Monawet MT70 được nạp vào trong thời gian 100 phút. Tiếp theo, hỗn hợp nạp chứa 294,0g styren, 166g etyl acrylat, 40g axit metacrylic, 80g 1,3-glyxerin đimetacrylat, 50g axetoaxetoxi etyl acrylat, và 1,5g Monawet MT70 được nạp vào trong thời gian 110 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp này được giữ trong khoảng thời gian từ 10 đến 15 phút, và tiếp theo hỗn hợp chứa 10,0g nước khử khoáng, 1,0g axit ascorbic và 0,00001g sắt sulfat được thêm vào và giữ trong 5 phút. Tiếp theo, 2,5g t-butyl perbenzoat và 10,0g nước khử khoáng được thêm vào và giữ trong 60 phút, ở nhiệt độ 78°C. Tiếp theo, bơm được rửa bằng nước khử khoáng và 1300,0g nước khử khoáng được thêm vào mẻ này. Mẻ này được đun nóng lại đến 75°C và ở 75°C 35,0g

dimetyletanolamin và 300,0g nước khử khoáng được thêm vào. Hỗn hợp này được giữ ở 75°C trong thời gian 30 phút, sau đó được làm nguội đến 38°C và lọc.

Ví dụ 3:

1150,0g nước khử khoáng được thêm vào 5,5 g Aersol MA-80I, 1,0g amoni bicacbonat và 5,0g nước khử khoáng. Hỗn hợp này được đun nóng đến 78°C trong điều kiện phun nitơ. Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ. 6,0g styren và 14,0g etyl acrylat được thêm vào, sau đó trộn trong 10 phút. 4,0g amoni persulfat và 18,0g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp thu được và giữ trong 20 phút. Sau khi giữ, 200,0g styren, 60g etyl acrylat, 30g axit metacrylic và 1,5g Monawet MT70 được nạp vào trong thời gian 100 phút. Tiếp theo, hỗn hợp nạp chứa 294g styren, 76g etyl acrylat, 40g axit metacrylic, 80 g 1,3-glyxerin đimetacrylat, 200g axetoaxetoxyl etyl acrylat, và 1,5 g Monawet MT70 được nạp vào trong thời gian 110 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp này được giữ trong khoảng thời gian từ 10 đến 15 phút, và tiếp theo hỗn hợp chứa 10,0g nước khử khoáng, 1,0g axit ascorbic và 0,00001g sắt sulfat được thêm vào và giữ trong 5 phút. Tiếp theo, 2,5g t-butyl perbenzoat và 10,0g nước khử khoáng được thêm vào và giữ trong 60 phút ở nhiệt độ 78°C. Tiếp theo, bơm được rửa bằng nước khử khoáng và 1300,0g nước khử khoáng được thêm vào mẻ này. Mẻ này được đun nóng lại đến 75°C và ở 75°C 35,0g dimetyletanolamin và 300,0g nước khử khoáng được thêm vào. Hỗn hợp này được giữ ở 75°C trong thời gian 30 phút, sau đó được làm nguội đến 38°C và lọc.

Ví dụ 4:

2697,12g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp chứa 2,01g axit đodexylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH (rượu isopropylic), 9,4g nước khử khoáng và 0,28g amoniac 28%. Hỗn hợp này được đun nóng đến 80°C trong điều kiện phun nitơ. Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ. 93,98g hỗn hợp monome với thành phần; 18% styren, 13% axit metacrylic, 51,25% butyl acrylat, 5,75% glycidyl metacrylat và 12% hydroxypropyl metacrylat được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 36,14g nước khử khoáng và 4,70g amoni persulfat được thêm vào và giữ trong 15 phút. Sau khi giữ, 845,78g hỗn hợp monome giống với hỗn hợp nêu trên được nạp vào trong thời gian 180 phút. Ngoài ra, hỗn hợp cùng được nạp vào gồm 140,96g nước khử khoáng, 2,01g axit đodexylbenzen sulfonic

70% trong iPrOH và 0,28g amoniac 28% được nạp vào trong thời gian 180 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp chứa 84,58g nước khử khoáng, 0,94g axit ascorbic và 0,001g sắt (II) sulfat được thêm vào, tiếp đó là hỗn hợp chứa 9,4g nước khử khoáng và 2,35g t-butyl perbenzoat. Phản ứng được giữ trong 15 phút và tiếp theo hỗn hợp chứa 23,35g nước khử khoáng và 46,72g đimetyletanolamin được thêm vào và giữ trong 60 phút, sau đó được làm nguội.

2500g latec nêu trên được thêm vào hỗn hợp chứa 359,6g butanol, 88,1g 2-butoxyetanol, 7,5g 2-hexoxyetanol và 5,9g surfynol 420. Sau đó, 113,2g nước khử khoáng được thêm vào và được trộn trong thời gian 30 phút.

Ví dụ 5:

2319,04g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp chứa 1,72g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH, 8,02g nước khử khoáng và 0,24g amoniac 28%. Hỗn hợp này được đun nóng đến 80°C trong điều kiện phun nitơ. Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ. 80,16g hỗn hợp monome với thành phần; 60% styren, 12% axit metacrylic, 8% butyl acrylat, 12% glycidyl metacrylat và 8% hydroxypropyl metacrylat được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 30,84g nước khử khoáng và 4,01g amoni persulfat được thêm vào và giữ trong 15 phút. Sau khi giữ, 721,58g hỗn hợp monome giống với hỗn hợp nêu trên được nạp vào trong thời gian 180 phút. Ngoài ra, hỗn hợp cùng được nạp vào gồm 120,26g nước khử khoáng, 1,72g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH và 0,24g amoniac 28% được nạp vào trong thời gian 180 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp chứa 72,16g nước khử khoáng, 0,80g axit ascorbic và 0,001g sắt (II) sulfat được thêm vào, tiếp đó là hỗn hợp chứa 8,02g nước khử khoáng và 2,0g t-butyl perbenzoat. Phản ứng được giữ trong 15 phút và tiếp theo hỗn hợp chứa 49,81g nước khử khoáng và 49,81g đimetyletanolamin được thêm vào và giữ trong 60 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 200,44g butanol, 200,44g 2-butoxyetanol và 200,44g Dowanol PnB được thêm vào và giữ 60 phút. Hỗn hợp được làm nguội và 120,26g nước khử khoáng và 8,02g surfynol 420 được thêm vào và được trộn trong 15 phút.

Ví dụ 6:

2283,95g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp chứa 1,70g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH, 7,96g nước khử khoáng và 0,24g amoniac

28%. Hỗn hợp này được đun nóng đến 80°C trong điều kiện phun nitơ. Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ. 79,58g hỗn hợp monome với thành phần được thể hiện trong bảng 1 dưới đây được thêm vào và được trộn trong 15 phút (ví dụ 6 được thực hiện 5 lần lần lượt bằng cách sử dụng hỗn hợp monome mẫu A, B, C, D, tiếp theo là E được thể hiện trong bảng 1). Sau đó, hỗn hợp chứa 30,61g nước khử khoáng và 3,98g amoni persulfat được thêm vào và giữ trong 15 phút. Sau khi giữ, 716,22g hỗn hợp monome giống với hỗn hợp nêu trên được nạp vào trong thời gian 180 phút. Ngoài ra, hỗn hợp cùng được nạp vào gồm 119,37g nước khử khoáng, 1,70g axit đodexylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH và 0,24g amoniac 28% được nạp vào trong thời gian 180 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp chứa 71,62g nước khử khoáng, 0,80g axit ascorbic và 0,001g sắt (II) sulfat được thêm vào, tiếp đó là hỗn hợp chứa 7,96g nước khử khoáng và 1,99g t-butyl perbenzoat. Phản ứng được giữ trong 15 phút và tiếp theo hỗn hợp chứa 29,66g nước khử khoáng và 29,66g dimetyletanolamin được thêm vào và giữ trong 60 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 119,37g butanol, 119,37g 2-butoxyetanol và 119,37g Dowanol PnB được thêm vào và giữ 60 phút. Hỗn hợp được làm nguội và 246,7g nước khử khoáng và 7,96g surfynol 420 được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 79,6g butanol, 79,6g 2-butoxyetanol và 79,6g Dowanol PnB được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp chứa dimetyletanolamin và nước khử khoáng như được thể hiện trong bảng 2 dưới đây và được trộn trong thời gian 30 phút (ví dụ 6 được thực hiện 5 lần lần lượt bằng cách sử dụng dimetyletanolamin và hỗn hợp mẫu nước A, B, C, D, tiếp theo là E được thể hiện trong bảng 1).

Bảng 1: Mức monome trong Ví dụ 6.

Mẫu	% Styren	% MAA	% BA	% GMA	% HPMMA
A	65	9	19	3	4
B	67	6	18	1	8
C	35	10,5	45,5	3	6
D	0	10,5	79,5	10	0
E	21	12	54	5	0

Bảng 2: Lượng amin và nước trong Ví dụ 6.

Mẫu	g DMEA	g nước
A	12,5	12,5
B	30,0	30,0
C	15,0	15,0
D	20,0	20,0
E	40,0	40,0

Ví dụ 7:

2561,20g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp chứa 1,91g axit đodexylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH, 8,92g nước khử khoáng và 0,27g amoniác 28%. Hỗn hợp này được đun nóng đến 80°C trong điều kiện phun nitơ. Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ. 89,24g hỗn hợp monome với thành phần; 70% styren, 12% axit metacrylic, 8% butyl acrylat, 2% butadiol đimetacrylat và 8% hydroxypropyl metacrylat được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 34,32g nước khử khoáng và 4,46g amoni persulfat được thêm vào và giữ trong 15 phút. Sau khi giữ, 803,15g hỗn hợp monome giống với hỗn hợp nêu trên được nạp vào trong thời gian 180 phút. Ngoài ra, hỗn hợp cũng được nạp vào gồm 133,86g nước khử khoáng, 1,91g axit đodexylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH và 0,27g amoniác 28% được nạp vào trong thời gian 180 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp chứa 80,31g nước khử khoáng, 0,89g axit ascorbic và 0,001g sắt (II) sulfat được thêm vào, tiếp đó là hỗn hợp chứa 8,92g nước khử khoáng và 2,23g t-butyl perbenzoat. Phản ứng được giữ trong 15 phút và tiếp theo hỗn hợp chứa 33,26g nước khử khoáng và 33,26g đimetyletanolamin được thêm vào và giữ trong 60 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 133,86g butanol, 133,86g 2-butoxyetanol và 133,86g Dowanol PnB được thêm vào và giữ 60 phút. Hỗn hợp được làm nguội và tiếp theo hỗn hợp chứa 90,33g butanol, 90,33g 2-butoxyetanol và 90,33g Dowanol PnB được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp chứa 7,5g đimetyletanolamin trong 7,5g nước khử khoáng được thêm vào và được trộn 30 phút.

Ví dụ 8:

2561,20g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp chứa 1,91g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH, 8,92g nước khử khoáng và 0,27g amoniac 28%. Hỗn hợp này được đun nóng đến 80°C trong điều kiện phun nitơ. Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ. 89,24g hỗn hợp monome với thành phần; 70% styren, 12% axit metacrylic, 8% butyl acrylat, 2% etylenglycol dimetacrylat và 8% hydroxypropyl metacrylat được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 34,32g nước khử khoáng và 4,46g amoni persulfat được thêm vào và giữ trong 15 phút. Sau khi giữ, 803,15g hỗn hợp monome giống với hỗn hợp nêu trên được nạp vào trong thời gian 180 phút. Ngoài ra, hỗn hợp cùng được nạp vào gồm 133,86g nước khử khoáng, 1,91g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH và 0,27g amoniac 28% được nạp vào trong thời gian 180 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp chứa 80,31g nước khử khoáng, 0,89g axit ascorbic và 0,001g sắt (II) sulfat được thêm vào, tiếp đó là hỗn hợp chứa 8,92g nước khử khoáng và 2,23g t-butyl perbenzoat. Phản ứng được giữ trong 15 phút và tiếp theo hỗn hợp chứa 33,26g nước khử khoáng và 33,26g dimetyletanolamin được thêm vào và giữ trong 60 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 133,86g butanol, 133,86g 2-butoxyetanol và 133,86g Dowanol PnB được thêm vào và giữ 60 phút. Hỗn hợp được làm nguội và tiếp theo hỗn hợp chứa 90,33g butanol 90,33g 2-butoxyetanol và 90,33g Dowanol PnB được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp chứa 5,0g dimetyletanolamin trong 5,0g nước khử khoáng được thêm vào và được trộn 30 phút.

Ví dụ 9:

2288,50g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp chứa 1,71g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH, 7,97g nước khử khoáng và 0,24g amoniac 28%. Hỗn hợp này được đun nóng đến 80°C trong điều kiện phun nitơ. Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ. 79,74g hỗn hợp monome với thành phần; 62,1% styren, 12% axit metacrylic, 15,9% etyl acrylat, 2% butandiol dimetacrylat và 8% hydroxypropyl metacrylat được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 30,67g nước khử khoáng và 3,99g amoni persulfat được thêm vào và giữ trong 15 phút. Sau khi giữ, 717,65g hỗn hợp monome giống với hỗn hợp nêu trên được nạp vào trong thời gian 180 phút. Ngoài ra, hỗn hợp cùng được nạp vào gồm 119,61g nước khử khoáng, 1,71g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong

iPrOH và 0,24g amoniac 28% được nạp vào trong thời gian 180 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp chứa 71,76g nước khử khoáng, 0,80g axit ascorbic và 0,001g sắt (II) sulfat được thêm vào, tiếp đó là hỗn hợp chứa 7,97g nước khử khoáng và 1,99g t-butyl perbenzoat. Phản ứng được giữ trong 15 phút và tiếp theo hỗn hợp chứa 29,72g nước khử khoáng và 29,72g dimetyletanolamin được thêm vào và giữ trong 60 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 119,61g butanol, 119,61g 2-butoxyetanol và 119,61g Dowanol PnB được thêm vào và giữ 60 phút. Hỗn hợp được làm nguội và 247,19g nước khử khoáng được bổ sung tiếp đó là hỗn hợp chứa 80,63g butanol, 80,63g 2-butoxyetanol và 80,63g Dowanol PnB được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp chứa 11,5g dimetyletanolamin trong 11,5g nước khử khoáng được thêm vào và được trộn 30 phút.

Ví dụ 10:

2288,50g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp chứa 1,71g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH, 7,97g nước khử khoáng và 0,24g amoniac 28%. Hỗn hợp này được đun nóng đến 80°C trong điều kiện phun nitơ. Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ. 79,74g hỗn hợp monome với thành phần: 68,5% styren, 12% axit metacrylic, 9,5% 2-ethylhexyl acrylat, 2% butandiol dimetacrylat và 8% hydroxypropyl metacrylat được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 30,67g nước khử khoáng và 3,99g amoni persulfat được thêm vào và giữ trong 15 phút. Sau khi giữ, 717,65g hỗn hợp monome giống với hỗn hợp nêu trên được nạp vào trong thời gian 180 phút. Ngoài ra, hỗn hợp cùng được nạp vào gồm 119,61g nước khử khoáng, 1,71g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH và 0,24g amoniac 28% được nạp vào trong thời gian 180 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp chứa 71,76g nước khử khoáng, 0,80g axit ascorbic và 0,001g sắt (II) sulfat được thêm vào, tiếp đó là hỗn hợp chứa 7,97g nước khử khoáng và 1,99g t-butyl perbenzoat. Phản ứng được giữ trong 15 phút và tiếp theo hỗn hợp chứa 29,72g nước khử khoáng và 29,72g dimetyletanolamin được thêm vào và giữ trong 60 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 119,61g butanol, 119,61g 2-butoxyetanol và 119,61g Dowanol PnB được thêm vào và giữ 60 phút. Hỗn hợp được làm nguội và 247,19g nước khử khoáng được bổ sung tiếp đó là hỗn hợp chứa 80,63g butanol, 80,63g 2-butoxyetanol và 80,63g Dowanol PnB được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp chứa 18,8g dimetyletanolamin trong 18,8g nước khử khoáng được thêm vào và được trộn 30 phút.

Ví dụ 11:

2288,50g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp chứa 1,71g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH, 7,97g nước khử khoáng và 0,24g amoniac 28%. Hỗn hợp này được đun nóng đến 80°C trong điều kiện phun nitơ. Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ. 79,74g hỗn hợp monome với thành phần; 65,5% metyl metacrylat, 12% axit metacrylic, 12,5% butyl acrylat, 2% butandiol dimetacrylat và 8% hydroxypropyl metacrylat được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 30,67g nước khử khoáng và 3,99g amoni persulfat được thêm vào và giữ trong 15 phút. Sau khi giữ, 717,65g hỗn hợp monome giống với hỗn hợp nêu trên được nạp vào trong thời gian 180 phút. Ngoài ra, hỗn hợp cùng được nạp vào gồm 119,61g nước khử khoáng, 1,71g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH và 0,24g amoniac 28% được nạp vào trong thời gian 180 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp chứa 71,76g nước khử khoáng, 0,80g axit ascorbic và 0,001g sắt (II) sulfat được thêm vào, tiếp đó là hỗn hợp chứa 7,97g nước khử khoáng và 1,99g t-butyl perbenzoat. Phản ứng được giữ trong 15 phút và tiếp theo hỗn hợp chứa 39,6g nước khử khoáng và 39,6g dimetyletanolamin được thêm vào và giữ trong 60 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 119,61g butanol, 119,61g 2-butoxyetanol và 119,61g Dowanol PnB được thêm vào và giữ trong 60 phút. Hỗn hợp được làm nguội và 257,07g nước khử khoáng được bổ sung tiếp đó là hỗn hợp chứa 80,63g butanol, 80,63g 2-butoxyetanol và 80,63g Dowanol PnB được thêm vào. Sau đó, 120g nước khử khoáng được thêm vào và được trộn trong 30 phút.

Ví dụ 12:

2283,95g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp chứa 1,70g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong iPrOH, 7,96g nước khử khoáng và 0,24g amoniac 28%. Hỗn hợp này được đun nóng đến 80°C trong điều kiện phun nitơ. Khi đạt đến nhiệt độ này, phun nitơ được thay bằng lớp áo nitơ. 79,59g hỗn hợp monome với thành phần; 14,15% styren, 12% axit metacrylic, 65,35% butyl metacrylat, 0,5% glycidyl metacrylat và 8% hydroxypropyl metacrylat được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 30,61g nước khử khoáng và 3,98g amoni persulfat được thêm vào và giữ trong 15 phút. Sau khi giữ, 716,23g hỗn hợp monome giống với hỗn hợp nêu trên được nạp vào trong thời gian 180 phút. Ngoài ra, hỗn hợp cùng được nạp vào gồm 119,37g nước khử khoáng, 1,70g axit dodecylbenzen sulfonic 70% trong

iPrOH và 0,24g amoniac 28% được nạp vào trong thời gian 180 phút. Khi việc nạp hoàn thành, hỗn hợp chứa 71,62g nước khử khoáng, 0,80g axit ascorbic và 0,001g sắt (II) sulfat được thêm vào, tiếp đó là hỗn hợp chứa 7,96g nước khử khoáng và 1,99g t-butyl perbenzoat. Phản ứng được giữ trong 15 phút và tiếp theo hỗn hợp chứa 29,66g nước khử khoáng và 29,66g dimetyletanolamin được thêm vào và giữ trong 60 phút. Sau đó, hỗn hợp chứa 119,37g butanol, 119,37g 2-butoxyetanol và 119,37g Dowanol PnB được thêm vào và giữ 60 phút. Hỗn hợp được làm nguội và 246,70g nước khử khoáng được bổ sung tiếp đó là hỗn hợp chứa 80,63g butanol, 80,63g 2-butoxyetanol và 80,63g Dowanol PnB được thêm vào. Sau đó, hỗn hợp chứa 9,0g dimetyletanolamin trong 9,0g nước khử khoáng được thêm vào và được trộn 30 phút.

Ví dụ 13:

1187g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp chứa 5g CMA80I và 1g ABC. Hỗn hợp thu được đun nóng đến 80°C cùng với thổi nitơ. Ở nhiệt độ của mẻ, khí thổi được ngắt và 6g styren và 15g etyl acrylat được thêm vào và được trộn trong 10 phút. 5g APS và 19g nước được thêm vào hỗn hợp thu được và giữ trong 20 phút. Hỗn hợp thu được này được nạp 210g styren, 161g etyl acrylat, 31g axit metacrylic và 1,5g MT70 trong thời gian 100 phút trong khi duy trì nhiệt độ 80°C. Vật liệu cấp qua ống (shell feed) bao gồm 287g styren, 232g etyl acrylat, 52g axit metacrylic, 30g glycidyl metacrylat và 1,5g MT70 được thêm vào. Khi kết thúc cấp liệu, hỗn hợp thu được được giữ trong 20 phút. Hỗn hợp thu được được thêm 1g axit ascorbic, 10g nước và 1mg sắt sulfat và hỗn hợp này được giữ trong 3 phút. Tiếp theo, 2,6g t-butyl peroxit và 11g nước được thêm vào và hỗn hợp này được giữ trong 45 phút ở 80°C. Bơm được súc sạch. 1356g nước được thêm vào ở nhiệt độ ổn định là 75°C. Tiếp theo, hỗn hợp trộn trước chứa 136g dimetyletanolamin và 309g nước được thêm vào mẻ này trong thời gian 40 phút ở 75°C. Mẻ này được giữ trong thời gian 30 phút ở 75°C. Mẻ này được làm nguội đến 38°C và lọc.

Ví dụ 14:

1188g nước khử khoáng được thêm vào hỗn hợp chứa 5g Aersol MA-80I và 1g amoni bicarbonat. Hỗn hợp thu được được tăng nhiệt độ đến 80°C cùng với thổi nitơ. Ở nhiệt độ của mẻ, khí thổi được ngắt và 6g styren và 15g etyl acrylat được thêm vào và được trộn trong 10 phút. 5g amoni persulfat và 19g nước được thêm vào hỗn hợp

thu được và giữ trong 20 phút. Hỗn hợp thu được này được nạp 206g styren, 134g etyl acrylat, 21g glyxerin đimetacrylat, 31g axit metacrylic và 1,5g Monawet MT70 được thêm vào trong thời gian 100 phút trong khi duy trì 80°C. Vật liệu cấp qua ống bao gồm 303g styren, 188g etyl acrylat, 62g axit metacrylic, 21g glyxerin đimetacrylat và 1,5g MT70 được thêm vào. Ở cuối thời điểm nạp, hỗn hợp thu được được giữ trong 20 phút. Hỗn hợp thu được được bổ sung 1g axit ascorbic, 10g nước và 1mg sắt sulfat và hỗn hợp này được giữ trong 3 phút. Tiếp theo, 2,6g t-butyl peroxit và 11g nước được thêm vào và hỗn hợp này được giữ trong 45 phút ở 80°C. Bơm được rửa. 1356g nước được thêm vào ở nhiệt độ ổn định là 75°C. Tiếp theo, hỗn hợp trộn trước chứa 136g đimetyletanolamin và 309g nước được thêm vào mẻ này trong thời gian 40 phút ở 75°C. Mẻ này được giữ trong thời gian 30 phút ở 75°C. Mẻ này được làm nguội đến 38°C và lọc.

Ví dụ 15:

Điều chế polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl

11,0g propylen glycol, 112,0g dầu đậu tương epoxy hóa, 30,9g metyl amyl xeton và 0,036g Nacure A-218 (mua từ King Industries) được khuấy trong khí quyển nitơ và được làm ấm đến 150°C. Quá trình tỏa nhiệt ban đầu được kiểm soát ở <155°C, và hỗn hợp này được giữ ở 150°C trong khoảng 2 giờ sau đó được làm nguội. Chuẩn độ oxiran đã cho thấy mức chuyển hóa của nhóm epoxit >99,9%.

Điều chế copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl

100g polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl được trộn với 80g Aromatic 100 và 60g metyl amyl xeton và được đun nóng đến 130°C trong khí quyển nitơ. 6,4g hydroxy propyl metacrylat, 36,8g styren, 36,8g butyl acrylat và 1,6g t-butyl peroxy benzoat được nạp vào hỗn hợp trong thời gian 2 giờ. Hỗn hợp thu được được giữ trong 1 giờ ở 130°C và được làm nguội.

Ví dụ 16:

Điều chế polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl

50,9g dietylen glycol và 150g dầu đậu tương epoxy hóa được thêm vào bình 1 lít. 0,02g Nacure A-218 (mua từ King Industries) được thêm vào bình ở 20°C và hỗn hợp được khuấy trong khí quyển nitơ và được làm ấm đến 160°C. Quá trình tỏa nhiệt

ban đầu được kiểm soát ở $<165^{\circ}\text{C}$, và hỗn hợp này được giữ ở 160°C trong khoảng 3 giờ. Chuẩn độ oxiran đã cho thấy mức chuyển hóa của nhóm epoxit $>99,9\%$. 50,3g butyl cellosolve được thêm vào khi làm nguội xuống để tạo ra NV 80%.

Ví dụ 17:

Điều chế polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl

50,0g neopentyl glycol và 150g dầu đậu tương epoxy hóa được thêm vào bình 1 lít. 0,02g Nacure A-218 (mua từ King Industries) được thêm vào bình ở 20°C và hỗn hợp được khuấy trong khí quyển nitơ và được làm ấm đến 160°C . Quá trình tỏa nhiệt ban đầu được kiểm soát ở nhiệt độ $<165^{\circ}\text{C}$, và hỗn hợp này được giữ ở 160°C trong khoảng 3 giờ. Chuẩn độ oxiran đã cho thấy mức chuyển hóa của nhóm epoxit $>99,9\%$. 50,3g butyl cellosolve được thêm vào khi làm nguội xuống để tạo ra NV 80%.

Ví dụ 18:

Điều chế polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl

185,500g propylen glycol, 812,450g dầu đậu tương epoxy hóa và 0,206g Nacure A-218 (mua từ King Industries) được khuấy trong khí quyển nitơ và được đun nóng đến 150°C (141g propylen glycol còn lại dưới dạng dung môi chưa phản ứng). Quá trình tỏa nhiệt ban đầu được kiểm soát ở $<155^{\circ}\text{C}$, và hỗn hợp này được giữ ở 150°C trong khoảng 2 giờ sau đó được làm nguội. Chuẩn độ oxiran đã cho thấy mức chuyển hóa của nhóm epoxit $>99,9\%$.

Ví dụ 19:

Điều chế copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl

998,156g polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl của Ví dụ 18 được trộn với 1000g butyl cellosolve và được đun nóng đến 100°C trong khí quyển nitơ. 100,000g hydroxyl propyl metacrylat, 450,000g metyl metacrylat, 450,000g butyl metacrylat, và 20,000g đibenzoyl peroxit được nạp vào hỗn hợp trong thời gian 2 giờ. Hỗn hợp thu được được giữ trong 1 giờ ở 100°C , 677g metyl amyl xeton được thêm vào, và hỗn hợp thu được được làm nguội để tạo ra copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl.

Ví dụ 20:

Điều chế nhũ tương copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl

62,5g polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl thu được ở Ví dụ 18, 27,5g n-butanol và 30g butyl cellosolve được nạp vào bình và được đun nóng đến 100°C. 40g methyl metacrylat, 40g butyl metacrylat, 20g axit metacrylic và 3,5g dibenzoyl peroxit được thêm vào bình trong thời gian 2 giờ trong khi duy trì nhiệt độ ở 100°C. Hỗn hợp thu được được giữ trong 1 giờ ở 100°C. 16,6g dimetyletanolamin và 30g đã khử ion nước được thêm vào hỗn hợp thu được trong thời gian 30 phút trong khi cho nhiệt độ hạ xuống 80°C. 331g đã khử ion nước được thêm vào hỗn hợp thu được trong thời gian 1 giờ trong khi cho nhiệt độ hạ xuống 40°C để tạo ra nhũ tương copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl.

Ví dụ 21:

Điều chế copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl

188,223g polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl của Ví dụ 18 và 190,36g butyl cellosolve được nạp vào bình và được đun nóng đến 100°C. 39,4148g methyl metacrylat, 104,168g butyl metacrylat, 45,7493g axit metacrylic và 3,78664g dibenzoyl peroxit được nạp vào hỗn hợp trong thời gian 2 giờ ở 100°C. Hỗn hợp thu được được giữ trong thời gian 30 phút ở 100°C, tiếp theo 1,41999g t-butyl peroctoat và 1,41999g methyl amyl xeton được thêm vào, tiếp đó là giữ trong thời gian 30 phút ở 100°C. Tiếp theo, 1,41999g t-butyl peroctoat và 1,41999g methyl amyl xeton được thêm vào, sau đó hỗn hợp thu được được giữ trong thời gian 30 phút ở 100°C. Sau khi giữ, 1,41999g t-butyl peroctoat và 1,41999g methyl amyl xeton được thêm vào, sau đó giữ lần nữa trong 90 phút ở 100°C. 677g methyl amyl xeton được thêm vào, và hỗn hợp thu được được làm nguội để tạo ra copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl.

Ví dụ 22:

Điều chế copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl

Hệ thống được cài đặt để thực hiện quy trình hồi lưu chuẩn có thổi nitơ. 335g dầu đậu tương epoxy hóa được nạp vào thiết bị phản ứng. Hỗn hợp trộn trước chứa 77g propylen glycol và 0,1g Nacure A218 được thêm vào thiết bị phản ứng. Hỗn hợp thu được được đun nóng với tốc độ là 1,6°C/phút (100°C/giờ) đến 140°C. Hiện tượng tỏa nhiệt mạnh đưa phản ứng đến nhiệt độ là 150°C. T_{Max} được giới hạn ở 160°C. Hỗn

hợp thu được được giữ ở 150°C. Mẫu được lấy ra sau 30 phút trên 150°C. Hỗn hợp thu được được giữ để EEW (đương lượng epoxit, epoxy equivalent weight, EEW) >60.000. Hỗn hợp thu được được làm nguội đến 100°C trong khi bổ sung 182g butanol và 125g butyl cellosolve. Nhóm các monome sau đây được thêm vào để đủ thời gian để C513 hòa tan, sau đó phần còn lại của các monome này được thêm vào (264g metyl metacrylat, 264g butyl metacrylat, 132g axit metacrylic, 23g benzoyl peroxit, 52g butyl cellosolve). Các monome được nạp trong thời gian 2 giờ ở 100°C. 21g butyl cellosolve được thêm vào hỗn hợp thu được với vai trò xói rửa đường ống. Hỗn hợp thu được được giữ trong thời gian 30 phút ở 100°C. 5g t-butyl peroctoat được thêm vào và được rửa bằng 5g butyl cellosolve. Hỗn hợp thu được được giữ trong thời gian 30 phút. Tiếp theo, 5g t-butyl peroctoat được thêm vào và được rửa bằng 5g butyl cellosolve, tiếp đó là giữ trong 30 phút. Tiếp theo, 5g t-butyl peroctoat được thêm vào và được rửa bằng 5g butyl cellosolve, tiếp đó là giữ trong 90 phút. Hỗn hợp thu được được nhỏ giọt vào thùng khử. Hỗn hợp trộn trước bao gồm 110g đimetyletanolamin và 198g nước được thêm vào thùng khử này trong thời gian 15 phút. Hỗn hợp thu được được giữ trong thời gian 30 phút và được duy trì ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 85°C đến 90°C. 2187g nước được thêm vào hỗn hợp thu được trong thời gian 45-60 phút. Hỗn hợp thu được được duy trì ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 85°C đến 90°C. Sau đó, lọc hỗn hợp thu được.

Ví dụ 23:

Điều chế chế phẩm phủ bằng cách trộn latec thu được ở Ví dụ 13 và copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl thu được ở Ví dụ 19

149g F428, 680g Phenodur 6535, 5g axit superphosphoric và 121g Dowanol EB được thêm vào bình trộn và được trộn trong 15 phút bằng cách sử dụng lưới trộn nâng tiêu chuẩn ở tốc độ nằm trong khoảng từ 300 đến 500 vòng/phút. 418g copolyme ghép polyol gốc dầu thu được ở Ví dụ 19 được thêm vào hỗn hợp thu được trong thời gian 5 phút và được trộn trong 15 phút. Hỗn hợp trộn trước chứa 22g đimetyletanolamin, 22g nước, và 324g butanol được thêm vào hỗn hợp và giữ trong 15 phút. 135g nước được thêm vào hỗn hợp thu được và được trộn trong 15 phút. 1720g latec amin hóa thu được ở Ví dụ 13 được thêm vào nhũ tương thu được trong thời gian 20 phút. Hỗn hợp trộn trước gồm 22 g Surfynol 104 và 43g butanol được thêm vào hỗn hợp thu được và được trộn trong 15 phút. Tiếp theo, hỗn hợp trộn trước

gồm 53g NanoByk 3840 và 53g nước được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Tiếp theo, hỗn hợp thu được được điều chỉnh bằng nước đến 0,1 – 0,25 Pa.giây (100-250 cps) theo nhớt kế Brookfield.

Chế phẩm thu được được phun lên phía trong của lon thực phẩm hai mảnh ở mức độ 250 mg/khối lượng màng phủ lon và được đánh giá tính năng. Các kết quả đánh giá được thể hiện dưới đây:

Độ phủ: 0,4 mA, không phòng rộp, vẽ bề ngoài tốt.

Cỡ hạt: 239 nm

Các thử nghiệm với chất mô phỏng được thực hiện và đánh giá về ăn mòn và mất bám dính đối với lon đặt thẳng đứng và ngược lại (vi chiết pha lỏng/không gian hơi (headspace/liquid, HS/L) L - 0 = không có, 2 = rất ít, 5 = bong ra khỏi tấm):

Nước muối 2% (90 phút ở 121°C (250°F))

Mức ăn mòn HS/chất lỏng 0/0, độ bám dính HS/chất lỏng 0/0,

Mức ăn mòn HS/chất lỏng nghịch 2/1, độ bám dính HS/chất lỏng nghịch 2/0

Axit lactic 1% (90 phút ở 121°C (250°F))

HS vẫn đục/độ bám dính 1/2, HS/ chất lỏng 0/1

Ví dụ 24:

Điều chế chế phẩm phủ bằng cách trộn latec thu được ở Ví dụ 14 và copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl thu được ở Ví dụ 18

75g EP 560, 340g Phenodur 6520, 3g axit supephosphoric và 71g Dowanol EB được thêm vào bình trộn và được trộn trong 15 phút bằng cách sử dụng lưới trộn nâng tiêu chuẩn ở tốc độ nằm trong khoảng từ 300 đến 500 vòng/phút. Hỗn hợp thu được, 210g copolyme ghép polyol gốc dầu ở Ví dụ 18 được thêm vào trong thời gian 5 phút và được trộn trong 15 phút. Hỗn hợp trộn trước chứa 8g dimetyletanolamin, 8g nước và 189g butanol được thêm vào nhũ tương và được trộn trong 15 phút. Hỗn hợp thu được 189g nước được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Hỗn hợp thu được 813g latec amin hóa thu được ở Ví dụ 14 được thêm vào trong thời gian 20 phút. 124g butanol được thêm vào hỗn hợp thu được và được trộn trong 15 phút. Tiếp theo, hỗn hợp trộn trước chứa 27g NanoByk 3840 và 27g nước được thêm vào và được trộn

trong 15 phút. Tiếp theo, hỗn hợp thu được được điều chỉnh bằng nước đến 0,1 – 0,25 Pa.giây (100-250 cps) theo nhớt kế Brookfield.

Chế phẩm thu được được phun lên phía trong của lon thực phẩm hai mảnh ở 250 mg/khối lượng màng của lon và được đánh giá về tính năng. Các kết quả đánh giá được thể hiện dưới đây:

Mức phủ: 0,4 mA, không phòng rộp, vẻ bề ngoài tốt.

Cỡ hạt: 240 nm

Các thử nghiệm tương tự được thực hiện và đánh giá độ ăn mòn và mất bám dính đối với lon theo hướng thẳng đứng và ngược lại (HS/L - 0 = không có, 2 = rất ít, 5 = bong ra khỏi tấm):

Nước muối 2% (90 phút ở 121°C (250°F))

Mức ăn mòn HS/chất lỏng 0/0, độ bám dính HS/chất lỏng 0/0,

Mức ăn mòn HS/chất lỏng ngược 2/1, độ bám dính HS/chất lỏng ngược 1/0

Axit lactic 1% (90 phút ở 121°C (250°F))

HS vẫn đục/độ bám dính 0/1, HS/chất lỏng 0/1

Ví dụ 25:

Điều chế chế phẩm phủ bằng cách trộn latec thu được ở Ví dụ 14 và copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl thu được ở Ví dụ 19

75g EP560, 340g Phenodur 6532, 2,7g axit supephosphoric và 71g Dowanol EB được thêm vào bình trộn và được trộn trong 15 phút bằng cách sử dụng lưới trộn nâng tiêu chuẩn ở tốc độ nằm trong khoảng từ 300 đến 500 vòng/phút. Hỗn hợp thu được, 209g copolyme ghép polyol gốc dầu ở Ví dụ 19 được thêm vào trong thời gian 5 phút và được trộn trong 15 phút. Hỗn hợp trộn trước chứa 9g dimetyletanolamin, 9g nước và 324g butanol được thêm vào nhũ tương và được trộn trong 15 phút. 65g nước được thêm vào hỗn hợp thu được. 815g latec amin hóa thu được ở Ví dụ 14 được thêm vào hỗn hợp thu được trong thời gian 30 phút. Hỗn hợp thu được 124g butanol được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Tiếp theo, hỗn hợp trộn trước chứa 27g NanoByk 3840 và 27g nước được thêm vào và được trộn trong 15 phút. Tiếp theo, hỗn

hợp thu được được điều chỉnh bằng nước đến 0,1 – 0,25 Pa.giây (100-250 cps) theo nhớt kế Brookfield.

Chế phẩm thu được được phun lên phía trong của lon thực phẩm hai mảnh ở 250 mg/khối lượng màng của lon và được đánh giá về tính năng. Các kết quả đánh giá được thể hiện dưới đây:

Mức phủ: 0,4 mA, không phòng rộp, vẻ bề ngoài tốt.

Cỡ hạt: 239 nm

Các thử nghiệm tương tự được thực hiện và đánh giá độ ăn mòn và mất bám dính đối với lon thẳng đứng và ngược lại (HS/L - 0 = không có, 2 = rất ít, 5 = bong ra khỏi tấm):

Nước muối 2% (90 phút ở 121°C (250°F))

Độ ăn mòn HS/chất lỏng 0/0, độ bám dính HS/chất lỏng 0/0,

Độ ăn mòn HS/chất lỏng ngược 2/1, độ bám dính HS/chất lỏng ngược 1/0

Axit lactic 1% (90' @ 250F)

HS vẫn đục/độ bám dính chất lỏng 1/2, HS/chất lỏng 0/1

Quy trình kiểm tra hương vị

Lon thực phẩm

Nạp vào lon 400ml nước khoáng (Nhãn hiệu Aquafina). Bịt kín chân không lon với lá nhôm bao phủ phần bên trong của nắp. Điều này để đảm bảo không có hiện tượng hút mùi từ lớp phủ bên trong trên nắp. Xử lý lon trong nồi hấp ở 121,1°C (250°F) trong 15 phút. Làm nguội lon và chuyển các thành phần vào các lon sạch và xử lý lại trong nồi hấp 121,1°C (250°F) trong 15 phút. Quy trình này được thực hiện lặp lại 3 lần. Mỗi biến số cần ba lon. Sau lần chiết thứ ba, các lon được làm nguội. Mẫu nước được đặt trong đồ chứa thủy tinh để kiểm tra hương vị. Chúng được đánh dấu và được đặt ngẫu nhiên. Mẫu trắng, mẫu kiểm chứng 523 được kiểm tra hương vị cùng với các biến được kiểm nghiệm.

Các tấm lá nhôm

Các tấm nhôm được phủ cả hai mặt và được cắt thành miếng có diện tích 160cm². Các miếng có diện tích 160cm² này được cắt tiếp thành ba mảnh bằng nhau.

Các mảnh này được xếp nếp và đặt trong lọ thủy tinh (lọ thạch của Ball Corp). Khoảng 80ml nước khoáng được cho vào lọ thủy tinh và các mảnh này được ngâm vào. Lọ này được bịt kín bằng lá nhôm che phần bên trong của nắp. Các biến cùng với mẫu kiểm chứng và 523 được xử lý gia công ở 250°F (121,1°C) trong thời gian 30 phút, sau đó, mẫu này được làm nguội và các mảnh được loại bỏ. Mẫu nước được đưa vào các lọ thủy tinh và hương vị được kiểm nghiệm hương vị. Thang điểm đánh giá Bham được sử dụng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm phủ để phủ đồ chứa thực phẩm, chế phẩm phủ này bao gồm:
nhũ tương của copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl và chất tạo liên kết ngang, tỷ lệ khối lượng của chất tạo liên kết ngang và copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl nằm trong khoảng từ khoảng 5:1 đến khoảng 2:1; trong đó copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl đóng vai trò chất hoạt động bề mặt polyme; và
nhũ tương latec gốc nước.
2. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó nhũ tương latec có trị số axit ít nhất là 35 dựa trên lượng chất rắn của latec.
3. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó chế phẩm phủ này chứa một lượng copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl lên đến 12pph copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl và/hoặc lên đến 50pph chất tạo liên kết ngang.
4. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl là sản phẩm phản ứng của polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxy, thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen, và chất khơi mào, trong đó polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl là sản phẩm của phản ứng của gốc dầu thực vật đã epoxy hóa và chất có nhóm chức hydroxyl
5. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó nhũ tương latec gốc nước là sản phẩm phản ứng của nhũ tương monome và chất khơi mào và trong đó nhũ tương monome được tạo thành từ hỗn hợp monome chưa bão hòa kiểu etylen trong chất mang.
6. Chế phẩm phủ theo điểm 5, trong đó nhũ tương latec gốc nước là sản phẩm phản ứng của nhũ tương monome, chất khơi mào và chất làm trung hòa.
7. Chế phẩm phủ theo điểm 4, trong đó thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen ở dạng hỗn hợp với chất ổn định.
8. Chế phẩm phủ theo điểm 7, trong đó chất ổn định bao gồm axit dodecylbenzen sulfonic.
9. Chế phẩm phủ theo điểm 7, trong đó chất ổn định có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 2,0% khối lượng chất rắn polyme trong nhũ tương latec.
10. Chế phẩm phủ theo điểm 7, trong đó hỗn hợp này bao gồm ít nhất một bazơ được

chọn từ amoniac, đimetyletanolamin, 2-đimetylamin-2-metyl-1-propanol.

11. Chế phẩm phủ theo điểm 4, trong đó chất có nhóm chức hydroxyl là ít nhất một trong số propylen glycol, 1,3-propan diol, etylen glycol, neopentyl glycol, trimetylol propan, đietylen glycol, polyete glycol, rượu benzylic, 2-etyl hexanol, polyeste, polycacbonat, polyolefin có nhóm chức hydroxyl.
12. Chế phẩm phủ theo điểm 4, trong đó chất xúc tác axit là ít nhất một trong số axit sulfonic, axit triflic, muối triflat của kim loại thuộc Nhóm HA, IIB, DIA, MB hoặc VIIIA của Bảng hệ thống tuần hoàn các nguyên tố hóa học (theo Hiệp hội IUPAC 1970), hỗn hợp của muối triflat này.
13. Chế phẩm phủ theo điểm 4, trong đó thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen bao gồm hợp chất axetoaxetat.
14. Phương pháp điều chế lớp phủ để phủ hộp hoặc vật liệu bao gói bao gồm các bước:
 - a) điều chế copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl;
 - b) điều chế nhũ tương latec gốc nước;
 - c) điều chế chất tạo liên kết ngang;
 - d) trộn nhũ tương latec và chất tạo liên kết ngang, sau đó bổ sung copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl để tạo ra chế phẩm phủ; trong đó tỷ lệ khối lượng giữa chất tạo liên kết ngang và copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl nằm trong phạm vi từ khoảng 5:1 đến khoảng 2:1; và trong đó copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxy đóng vai trò chất hoạt động bề mặt polyme.
15. Phương pháp theo điểm 14, trong đó nhũ tương latec được điều chế bằng phương pháp bao gồm các bước:
 - i) trộn thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen trong chất mang để tạo ra monome nhũ tương; và
 - ii) cho monome nhũ tương này phản ứng với chất khơi mào để tạo ra nhũ tương latec.
16. Phương pháp theo điểm 14, trong đó copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl được điều chế bằng phương pháp bao gồm các bước:

i) cho gốc dầu thực vật đã epoxy hóa phản ứng với chất có nhóm chức hydroxyl với sự có mặt của chất xúc tác axit để tạo ra polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl; và

ii) cho polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl này phản ứng với thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen với sự có mặt của chất khơi mào để tạo ra copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl.

17. Phương pháp theo điểm 14, trong đó nhũ tương latec được cho phản ứng với chất làm trung hòa.

18. Phương pháp theo điểm 14, trong đó thành phần monome có liên kết chưa bão hòa kiểu etylen được trộn với chất ổn định để tạo ra monome nhũ tương.

19. Phương pháp theo điểm 18, trong đó chất ổn định bao gồm axit dodecylbenzen sulfonic.

20. Phương pháp theo điểm 18, trong đó chất ổn định có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 2,0% khối lượng chất rắn polyme trong nhũ tương latec.

21. Phương pháp theo điểm 18, trong đó bước trộn được thực hiện với sự có mặt của bazơ bao gồm amoniac, dimetyletanolamin, 2-dimetylamino-2-metyl-1-propanol, hoặc hỗn hợp của chúng.

22. Phương pháp theo điểm 16, trong đó chất có nhóm chức hydroxyl bao gồm propylen glycol, 1,3-propan diol, etylen glycol, neopentyl glycol, trimetylol propan, dietylen glycol, polyete glycol, rượu benzylic, 2-etyl hexanol, polyeste, polycacbonat, polyolefin có nhóm chức hydroxyl, hoặc hỗn hợp của chúng.

23. Phương pháp theo điểm 16, trong đó chất xúc tác axit bao gồm axit mạnh như axit sulfonic, axit triflic, muối triflat của kim loại thuộc Nhóm IIA, IIB, IIIA, IIIB hoặc VIIIA của Bảng hệ thống tuần hoàn các nguyên tố hóa học (theo Hiệp hội IUPAC 1970), hỗn hợp của muối triflat này, hoặc hỗn hợp của chúng.

24. Hộp được phủ bằng chế phẩm phủ theo điểm 1.

25. Vật liệu bao gói được phủ bằng chế phẩm phủ theo điểm 1.

26. Chế phẩm phủ theo điểm 14, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa huyền phù latec và

copolyme ghép polyol gốc dầu có nhóm chức hydroxyl nằm trong phạm vi từ khoảng 4:1 đến khoảng 2:1.

27. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó chất tạo liên kết ngang là benzoguanamin, benzoguanamin formaldehyt, glycoluril, melamin formaldehyt, phenolic, phenol formaldehyt, ure formaldehyt.

28. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó chất tạo liên kết ngang là ít nhất một trong các chất tạo liên kết ngang phenol, chất tạo liên kết ngang isoxyanat, hoặc chất tạo liên kết ngang isoxyanat có các gốc phản ứng bị chặn.

29. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó chất tạo liên kết ngang là chất tạo liên kết ngang phenol.

30. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó hạt latec trong huyền phù latec gốc nước có kích thước hạt lớn hơn 100 nm.

31. Chế phẩm phủ theo điểm 30, trong đó hạt latec có kích thước hạt trong phạm vi từ khoảng 250 nm đến khoảng 350 nm.