



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

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

(11)



1-0028898

(51)⁷ B05D 1/36; C09D 5/00; C09D 167/00; (13) B
B05D 7/14; B05D 7/24

(21) 1-2010-03268

(22) 30/04/2009

(86) PCT/EP2009/003122 30/04/2009

(87) WO/2009/143949 03/12/2009

(30) 10 2008 025 514.9 28/05/2008 DE; 10 2008 059 014.2 26/11/2008 DE

(45) 25/07/2021 400

(43) 25/04/2011 277A

(73) Akzo Nobel Coatings International B.V. (NL)

Velperweg 76, 6824 BM Arnhem, The Netherlands

(72) HICKL, Markus (DE); STEFFENS, Alexandra (DE).

(74) Công ty TNHH Tư vấn sở hữu trí tuệ Việt (VIET IP CO.,LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP PHỦ CUỘN DÂY

(57) Sáng chế đề xuất phương pháp phủ cuộn dây bao gồm các bước: (1) phủ hợp phần phủ sơn lót có nước (B) bao gồm ít nhất một hệ chất kết dính có thể liên kết ngang (BM), ít nhất một thành phần chất độn (BF), ít nhất một thành phần kiểm soát ăn mòn (BK), và các thành phần bay hơi (BL), lên bề mặt kim loại được làm sạch tùy ý, hợp phần phủ (B) có hàm lượng dung môi hữu cơ không cao hơn 15% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi (BL) của hợp phần phủ (B), (2) làm khô màng tiền xử lý hợp nhất được tạo thành từ hợp phần phủ sơn lót (B), (3) phủ màng phủ trên cùng (D) lên màng tiền xử lý hợp nhất được làm khô theo bước (2), và (4) cùng hóa rắn các màng của hợp phần phủ (B) và lớp phủ trên cùng (D).

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến phương pháp phủ bề mặt của các cuộn dây.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các phương pháp và hợp phần để phủ các cuộn dây (các dải kim loại) đã được biết đến. Nói chung, các chế phẩm phủ được phủ theo ba giai đoạn phủ.

Trong giai đoạn thứ nhất, sau khi cuộn dây đã được tháo ra và làm sạch bằng dung dịch tẩy gỉ bằng kiềm, tiếp theo là rửa bằng nước, chế phẩm tiền xử lý được phủ vào cuộn dây để làm tăng khả năng chống ăn mòn. Nhằm mục đích này, mục tiêu gần đây là phát triển các chế phẩm tiền xử lý không có crom nhưng vẫn đảm bảo kiểm soát ăn mòn tốt có thể so sánh được với các chế phẩm phủ chứa crom. Trong ngữ cảnh này, chế phẩm tiền xử lý gồm các muối và/hoặc phức chất của các nguyên tố thuộc phân lớp d vì thành phần vô cơ của chúng tỏ ra đặc biệt thích hợp. Nói chung, các dung dịch tiền xử lý ưu tiên còn bao gồm các chất thúc đẩy bám dính, như silan, ví dụ, nhằm đảm bảo bám dính với nền kim loại và với các lớp phủ tiếp theo, và một phần nhỏ của các polyme tốt hơn là hòa tan được trong nước, nói chung đóng vai trò tạo màng không nhiều nhằm duy trì việc kiểm soát mục tiêu đối với quá trình phát triển tinh thể của các thành phần vô cơ nêu trên. Chế phẩm tiền xử lý được phủ vào cuộn dây nói chung bằng cách phun (phương pháp rửa, có rửa sau đó) hoặc bằng Chemcoater (phương pháp không rửa: không rửa). Sau đó, cuộn dây được phủ bằng chế phẩm tiền xử lý được làm khô ở nhiệt độ cuộn dây tối đa nghĩa là, nhiệt độ kim loại đỉnh (PMT: peak metal temperature), khoảng 90°C.

Trong giai đoạn thứ hai, sơn lót được phủ, tốt hơn nếu phủ bằng trục lăn, lên cuộn dây được phủ trước ở giai đoạn thứ nhất. Các sơn lót này hầu như chỉ bao gồm các hệ phủ gốc dung môi, được phủ với độ dày màng ướt sao cho quá trình làm khô và hóa rắn tạo ra độ dày màng từ 4 đến 8µm. Các chế phẩm sơn lót thường bao gồm các polyeste, polyuretan, nhựa epoxy và/hoặc, ít phổ biến hơn là, polyacrylat với vai trò thành phần kết dính và các nhựa melamin và/hoặc polyisoxyanat với vai trò thành phần chất liên kết ngang. Nói chung, quá trình hóa rắn của màng sơn lót diễn ra ở PMT nằm

trong khoảng từ 220 đến 260°C trong lò sấy, cuộn dây được làm nguội đột ngột bằng màn nước sau khi đi ra khỏi lò sấy, và sau đó được làm khô.

Trong giai đoạn thứ ba và là cuối cùng, cuộn dây được phủ trước ở giai đoạn thứ hai được phủ thêm lớp phủ trên cùng, các lớp phủ trên cùng được phủ với độ dày màng ướt sao cho quá trình làm khô dẫn đến độ dày màng từ 15 đến 25µm, và quá trình hóa rắn của màng phủ trên cùng nói chung thực hiện ở PMT nằm trong khoảng từ 220 đến 260°C trong lò sấy.

Do phương pháp trên phức tạp và tốn năng lượng, không thiếu các nỗ lực để đơn giản hóa phương pháp này, cụ thể hơn là để rút ngắn các bước của phương pháp, và làm giảm tiêu thụ năng lượng của phương pháp.

Do đó, ví dụ, WO-A-20071125038 mô tả phương pháp phủ các cuộn dây kim loại, phương pháp này hợp nhất chế phẩm tiền xử lý vào lớp phủ sơn lót gốc nước. Điều này đạt được bằng cách sử dụng các copolyme đặc biệt chứa các đơn vị monome có N-dị vòng, các đơn vị monome có các nhóm axit, và các đơn vị monome vinyl thơm, làm các chất kim hãm ăn mòn. Với vai trò chất kết dính có thể liên kết ngang, có thể sử dụng các chất kết dính thông thường trong lĩnh vực vật liệu phủ cuộn dây và thể hiện độ dẻo thích hợp. Các chất kết dính được ưu tiên theo WO-A-20071125038 là poly(met)acrylat và/hoặc các copolyme styren-acrylat, các copolyme styren-alkadien, polyuretan, và các nhựa ankyt. Các màng sơn lót được mô tả trong tài liệu này được nung trước khi các vật liệu phủ trên cùng được phủ. Tuy nhiên, quá trình san phẳng và khả năng phủ ngoài của các lớp phủ sơn lót đó phụ thuộc quá nhiều vào việc lựa chọn các thành phần chất kết dính và thường khó điều chỉnh. Đặc biệt hơn, giai đoạn nung riêng biệt cho lớp phủ sơn lót tốn năng lượng và vì thế dưới mức tối ưu về cả môi trường và kinh tế.

WO-A-20051047390 đề xuất các sơn lót bao gồm polyuretan phân tán được trong nước có các nhóm axit với vai trò chất kết dính, chúng được trung hòa với các amin chứa các nhóm có thể liên kết ngang. Trước khi màng phủ trên cùng được phủ, các màng sơn lót được hóa rắn, nghĩa là, được liên kết ngang, trong bước nung tốn năng lượng, riêng biệt, việc lựa chọn cụ thể các amin ngăn hiệu ứng cản trở đối với quá trình hóa rắn được axit xúc tác của các lớp phủ trên cùng, nếu không quá trình này dẫn đến tạo thành nếp nhăn và các khuyết tật của bề ngoài như kim loại ở màng phủ trên cùng.

Với các hệ loại này, quá trình san phẳng và khả năng phủ ngoài của lớp phủ sơn lót phụ thuộc quá nhiều vào việc lựa chọn các thành phần chất kết dính, và bước nung riêng biệt đối với lớp phủ sơn lót tốn năng lượng và vì thế dưới mức tối ưu về cả môi trường và kinh tế.

WO-A-01143888 đề xuất phương pháp trong đó màng phủ trên cùng được phủ lên màng chưa khô của chế phẩm tiền xử lý, màng chưa khô của chế phẩm tiền xử lý này phải có độ dẫn điện nhất định cần thiết để phủ màng phủ trên cùng, và tốt hơn nếu vật liệu phủ trên cùng là vật liệu phủ dạng bột. Khi các vật liệu phủ trên cùng loại này được sử dụng, nếu mức độ ẩm của màng chế phẩm tiền xử lý cao, thì sẽ có sự trộn lẫn không mong muốn giữa chế phẩm tiền xử lý và vật liệu phủ trên cùng; nếu độ ẩm thấp, thì một lần nữa quá trình san phẳng và khả năng phủ ngoài của màng của chế phẩm tiền xử lý phụ thuộc quá nhiều vào việc lựa chọn các thành phần chất kết dính.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Khi xem xét tình trạng kỹ thuật của sáng chế nêu trên, vấn đề được sáng chế đưa ra là vấn đề tìm kiếm phương pháp phủ các vật liệu phủ tích hợp ít dung môi kết hợp các chức năng kiểm soát ăn mòn và phủ sơn lót lên các cuộn dây kim loại cho phép sử dụng rộng rãi các chất kết dính trong các chế phẩm phủ tích hợp và đặc biệt hơn là tạo ra các lớp phủ có khả năng san phẳng và phủ ngoài rất tốt. Đồng thời, hệ sơn lót/lớp phủ trên cùng có thể đạt được các tiêu chuẩn chính xác thuộc loại được quy định đối với cuộn dây được phủ với các hệ này, chẳng hạn, cụ thể hơn là độ ổn định ăn mòn, độ dẻo, và độ bền hóa chất, đặc biệt khi các cuộn dây này được tạo hình và tiếp xúc với thời tiết. Cụ thể, phương pháp có thể cho phép giảm độ phức tạp công nghệ và chi phí năng lượng thông qua sự rút ngắn các bước riêng lẻ trong quá trình phủ cuộn dây.

Điều ngạc nhiên là các vấn đề được sáng chế đưa ra đã được giải quyết nhờ phương pháp phủ cuộn dây gồm các bước:

(1) phủ chế phẩm phủ sơn lót có nước tốt hơn là có thể liên kết ngang (B) bao gồm ít nhất một hệ chất kết dính (BM), ít nhất một thành phần chất độn (BF), ít nhất một thành phần kiểm soát ăn mòn (BK), và các thành phần dễ bay hơi (BL), lên bề mặt kim loại được làm sạch tùy ý, chế phẩm phủ (B) có lượng dung môi hữu cơ nhỏ hơn 15% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi (BL) của chế phẩm phủ (B),

(2) làm khô màng tiền xử lý hợp nhất được tạo thành từ chế phẩm phủ (B), bước làm khô được thực hiện tốt hơn là ở nhiệt độ cực đại (nhiệt độ kim loại đỉnh, peak metal temperature-PMT) dưới nhiệt độ bắt đầu phân tích cơ nhiệt động học (DMA) đối với phản ứng của các thành phần có thể liên kết ngang của hệ chất kết dính (BM),

(3) phủ màng phủ trên cùng (D) lên màng tiền xử lý hợp nhất đã được làm khô theo bước (2), và

(4) cùng hóa rắn các màng của chế phẩm phủ (B) và lớp phủ trên cùng (D).

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm phủ sơn lót có nước (B)

Chế phẩm phủ sơn lót, tốt hơn là có thể liên kết ngang, có nước (B) được sử dụng để tạo thành lớp phủ tiền xử lý tích hợp kết hợp các thuộc tính của chế phẩm tiền xử lý và của sơn lót. Thuật ngữ “lớp phủ tiền xử lý tích hợp” theo sáng chế có nghĩa là chế phẩm phủ sơn lót có nước (B) được phủ trực tiếp vào bề mặt kim loại mà ngay trước đó không cần thực hiện tiền xử lý chống ăn mòn, ví dụ như rửa bằng axit, sử dụng lớp phủ nền, hoặc photphat hóa. Lớp phủ tiền xử lý tích hợp kết hợp lớp phủ thụ động hóa với lớp phủ hữu cơ trong một lớp phủ. Thuật ngữ “bề mặt kim loại” ở đây không tương đương với kim loại trần tuyệt đối, mà thay vào đó, mô tả bề mặt trước sau sẽ hình thành trong quá trình xử lý kim loại thông thường trong môi trường không khí hoặc khi kim loại được làm sạch trước khi lớp phủ tiền xử lý tích hợp được phủ. Kim loại thực tế cũng có thể, ví dụ, có màng ẩm hoặc màng oxit hydrat hoặc oxit mỏng.

Chế phẩm phủ sơn lót có nước (B) được sử dụng để tạo thành lớp phủ tiền xử lý tích hợp bao gồm ít nhất một hệ chất kết dính (B), ít nhất một thành phần chất độn (BF), ít nhất một thành phần kiểm soát ăn mòn (BK), và các thành phần dễ bay hơi (BL).

Các thành phần dễ bay hơi (BL) được xác định là các thành phần của chế phẩm phủ (5) bị loại bỏ hoàn toàn ra khỏi hệ phủ khi (B) được làm khô trong bước (2) của phương pháp theo sáng chế và ngoài ra, cụ thể, trong quá trình hóa rắn chế phẩm phủ (B) và lớp phủ trên cùng (D) trong bước (4) của phương pháp theo sáng chế.

Điều thiết yếu đối với sáng chế là hàm lượng dung môi hữu cơ của chế phẩm phủ (B) thấp hơn 15%, tốt hơn nếu thấp hơn 10%, tốt hơn nữa nếu thấp hơn 5% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi (BL) của chế phẩm phủ (13).

Lượng thành phần dễ bay hơi (BL) trong chế phẩm phủ (B) có thể thay đổi trong phạm vi rộng, tỷ lệ giữa các thành phần dễ bay hơi (BL) và các thành phần không dễ bay hơi của chế phẩm phủ (B) thường nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 5:1 đến 1:5, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 4:1 đến 1:4.

Hệ chất kết dính (BM)

Các hệ chất kết dính (BM) thường bao gồm các phân trong chế phẩm phủ sơn lót có nước (B) gây ra sự tạo màng. Các lớp phủ được sử dụng để phủ cuộn dây (lớp phủ của các dải băng kim loại) phải có độ dẻo đủ để chịu quá trình tạo hình của các cuộn dây mà không hư hỏng, cụ thể hơn là không gãy hoặc tróc lớp phủ. Do đó, các chất kết dính thích hợp cho các hệ chất kết dính (BM) tốt hơn là bao gồm các đơn vị bảo đảm độ dẻo cần thiết, tốt hơn là các phân đoạn mềm.

Các hệ chất kết dính có thể liên kết ngang (BM) được ưu tiên theo sáng chế tạo thành mạng polyme khi hóa rắn bằng nhiệt và/hoặc quang hóa, và bao gồm các thành phần có thể liên kết ngang bằng nhiệt và/hoặc quang hóa. Các thành phần có thể liên kết ngang trong hệ chất kết dính (BM) có thể có khối lượng phân tử thấp, thuộc loại oligome hoặc polyme, và nói chung chứa ít nhất hai nhóm có thể liên kết ngang. Các nhóm có thể liên kết ngang có thể là các nhóm chức phản ứng có thể phản ứng với các nhóm cùng loại của chúng (“với chính chúng”) hoặc với các nhóm chức phản ứng bù. Trong ngữ cảnh này, có thể nhận biết nhiều khả năng kết hợp. Hệ chất kết dính có thể liên kết ngang (BM), ví dụ, có thể bao gồm chất kết dính polyme mà bản thân nó không thể liên kết ngang, và thêm một hoặc nhiều chất liên kết ngang khối lượng phân tử thấp hoặc thuộc loại oligome (V). Theo cách khác, chất kết dính polyme có thể bao gồm các nhóm có thể tự liên kết ngang có thể phản ứng với các nhóm có thể liên kết ngang khác trên polyme và/hoặc trên chất liên kết ngang được sử dụng thêm vào. Được đặc biệt ưu tiên là sử dụng oligome hoặc polyme chứa các nhóm có thể liên kết ngang và được liên kết ngang với một nhóm khác bằng cách sử dụng các chất liên kết ngang (V).

Các hệ chất kết dính có thể liên kết ngang bằng nhiệt được ưu tiên (BM) trải qua quá trình liên kết ngang khi màng đã phủ được nung nóng tới các nhiệt độ trên nhiệt độ phòng, và chứa các nhóm tốt hơn là có thể liên kết ngang không phản ứng hoặc chỉ phản ứng với phạm vi rất nhỏ ở nhiệt độ phòng. Ưu tiên hơn là sử dụng các hệ chất kết dính có thể liên kết ngang bằng nhiệt (BM) có quá trình liên kết ngang bắt đầu ở nhiệt

độ bắt đầu DMA trên 60°C, tốt hơn nếu trên 80°C, tốt hơn nữa nếu trên 90°C (như được đo trên DMA IV của Rheometric Scientific với tốc độ nung nóng 0,2°K/phút, tần số là 1 Hz, và biên độ 0,2% với phương pháp đo “kiểu căng-chùng” (“tensile mode-tensile off”) trong chế độ “delta”, vị trí của nhiệt độ bắt đầu DMA được xác định theo cách đã biết bằng cách ngoại suy quá trình phụ thuộc nhiệt độ của E' và/hoặc của tanδ).

Các chất kết dính thích hợp cho các hệ chất kết dính có thể liên kết ngang (BM) ưu tiên hơn là poly(met)acrylat, polyvinyl este thủy phân một phần, polyeste, nhựa ankyt, polylacton, polycarbonat, polyete, các nhựa epoxy, các sản phẩm cộng amin-nhựa epoxy, polyurê, polyamit, polyimit hoặc polyuretan hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong nước, tham khảo được đưa ra là các hệ chất kết dính có thể liên kết ngang hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong nước (BM) có gốc là polyeste, các nhựa epoxy hoặc các sản phẩm cộng amin-nhựa epoxy, poly(met)acrylat, và polyuretan. Được đặc biệt ưu tiên là các hệ chất kết dính có thể liên kết ngang hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong nước (BM) có gốc polyeste và cụ thể hơn là polyuretan.

Các hệ chất kết dính hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong nước thích hợp (BM) có gốc epoxit hoặc các sản phẩm cộng epoxit-amin là các polyme có nhóm chức epoxy có thể điều chế được theo cách đã biết bằng cách cho các monome chức có nhóm chức epoxy, ví dụ như bisphenol A diglycidyl ete, bisphenol F diglycidyl ete hoặc hexandiol diglycidyl ete, phản ứng với các rượu, ví dụ như bisphenol A hoặc bisphenol F. Các phân đoạn mềm đặc biệt thích hợp là các phân đoạn polyoxyetylen và/hoặc polyoxypropylen, chúng được kết hợp thuận lợi nhờ sử dụng bisphenol A được ethoxylat hóa và/hoặc propoxylat hóa. Để tăng cường độ dính có thể cho một số trong các nhóm epoxit của các polyme có nhóm chức nêu trên phản ứng với các amin để tạo thành các sản phẩm cộng nhựa epoxy-amin, đặc biệt hơn là với các amin bậc hai, ví dụ như dietanolamin hoặc N-metylbutanolamin. Để điều chế các nhựa epoxy, còn tốt hơn nếu sử dụng các đơn vị monome mà, cũng như các nhóm epoxit tự do của nhựa epoxy, chứa các nhóm chức có thể phản ứng với các nhóm thuộc loại của chúng (“với chính chúng”) hoặc với các nhóm chức phản ứng bổ sung, cụ thể hơn là với các chất liên kết ngang (V). Cụ thể hơn, các nhóm này là các nhóm hydroxyl. Các nhựa epoxy và các sản phẩm cộng nhựa epoxy-amin thích hợp sẵn có trên thị trường. Các chi tiết khác về

nhựa epoxy được đề cập trong, ví dụ, “Epoxy Resins” trong Ullmann’s Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6th Edition, 2000, Electronic Release.

Cụ thể hơn, các hệ chất kết dính hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong nước (BM) thích hợp có gốc poly(met)acrylat là các (co)polyme nhũ tương, cụ thể hơn nữa là các chất phân tán poly(met)acrylat được ổn định anion, thường thu được từ axit (met)acrylic và/hoặc các dẫn xuất của axit (met)acrylic, cụ thể là là (met)acrylic este, như metyl(met)acrylat, etyl(met)acrylat, butyl(met)acrylat hoặc các monome 2-ethylhexyl(met)acrylat, và/hoặc vinyl thơm như styren, và ngoài ra, nếu thích hợp, là các comonome liên kết ngang. Độ dẻo của các hệ chất kết dính (BM) có thể được điều chỉnh theo cách đã biết về nguyên tắc nhờ tỉ lệ giữa các monome “cứng”, nghĩa là, các monome tạo thành các polyme đồng nhất có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh tương đối cao, như metyl metacrylat hoặc styren, và các monome “mềm”, nghĩa là, các monome tạo thành các polyme đồng nhất có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh tương đối thấp, như butyl acrylat hoặc 2-ethylhexyl acrylat. Để điều chế các chất phân tán poly(met)acrylat tốt hơn nữa nếu sử dụng các monome chứa các nhóm chức có thể phản ứng với các nhóm thuộc loại của chúng (“với chính chúng”) hoặc các nhóm chức phản ứng bổ sung, cụ thể hơn là với các chất liên kết ngang. Cụ thể hơn, các nhóm này là các nhóm hydroxyl, được kết hợp vào poly(met)acrylat bằng cách sử dụng các monome như hydroxyetyl(met)acrylat, hydroxypropyl(met)acrylat, hydroxybutyl(met)acrylat hoặc N-metylol(met)acrylamit, hoặc theo cách khác là sử dụng epoxy(met)acrylat sau đó thủy phân. Các chất phân tán poly(met)acrylat thích hợp đã có sẵn trên thị trường.

Các hệ chất kết dính hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong nước (BM) có gốc polyeste, được ưu tiên theo sang chế, có thể được tổng hợp theo cách đã biết từ axit dicarboxylic khối lượng phân tử thấp và rượu hai chức và cũng như, nếu thích hợp, các monome khác. Cụ thể, các monome khác bao gồm các monome có tác động phân nhánh, như các rượu và axit cacboxylic có số nhóm chức lớn hơn hoặc bằng ba. Để sử dụng các hệ chất kết dính (BM) khi phủ cuộn dây tốt hơn nếu sử dụng polyeste có các khối lượng phân tử tương đối thấp, tốt hơn nếu chúng có các khối lượng phân tử trung bình số Mn nằm trong khoảng từ 500 đến 10.000 dalton, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1.000 đến 5.000 dalton. Các khối lượng phân tử trung bình số được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel theo các tiêu chuẩn chuẩn từ DIN55672-1 đến DIN55672-3.

Độ cứng và độ dẻo của các hệ chất kết dính có gốc polyester có thể được điều chỉnh, theo cách về nguyên tắc đã biết, thông qua tỉ lệ giữa các monome “cứng”, nghĩa là, các monome tạo thành các polyme đồng nhất có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh tương đối cao, và các monome “mềm”, nghĩa là, các monome tạo thành các polyme đồng nhất có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh tương đối thấp. Các ví dụ của axit dicarboxylic “cứng” bao gồm axit dicarboxylic thơm hoặc các dẫn xuất được hydro hóa của chúng, như axit isophthalic, axit phthalic, axit terephthalic, axit hexahydrophthalic cũng như các dẫn xuất của chúng, cụ thể là, ví dụ như, anhydrit hoặc este. Các ví dụ của axit dicarboxylic “mềm” bao gồm, cụ thể, axit dicarboxylic- α , ω béo có ít nhất 4 nguyên tử cacbon, như axit adipic, axit azelaic, axit sebacic, axit dodecandioic hoặc các axit béo đime. Các ví dụ về rượu hai chức “cứng” bao gồm etylen glycol, 1,2-propanediol, neopentyl glycol hoặc 1,4-cyclohexandimetanol. Các ví dụ về rượu hai chức “mềm” bao gồm dietylen glycol, trietylen glycol, aliphatic α , ω -rượu hai chức có ít nhất 4 nguyên tử cacbon, như 1,4-butadiol, 1,6-hexandiol, 1,8-octandiol hoặc 1,12-dodecandiol. Chế phẩm polyester sẵn có trên thị trường được mô tả trong, ví dụ, the standard work Ullmanns Enzyklopadie der technischen Chemie, 3rd edition, volume 14, Urban & Schwarzenberg, Munich, Berlin, 1963, các trang từ 80 đến 89 và các trang từ 99 đến 105.

Để tạo lập tính tan trong nước hoặc khả năng phân tán trong nước, tốt hơn nếu các nhóm có khả năng tạo thành các anion được kết hợp vào các phân tử polyester; sau đó trung hòa chúng, các nhóm này đảm bảo rằng nhựa polyester có thể được phân tán ổn định trong nước. Tốt hơn nếu, các nhóm thích hợp có khả năng tạo thành các anion là cacboxyl, axit sunfonic và các nhóm axit photphonic, đặc biệt hơn là các nhóm cacboxyl. Số lượng axit theo DIN EN ISO 3682 của các nhựa polyester tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 10 đến 100 mg KOH/g, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 20 đến 60 mg KOH/g. Tốt hơn nếu để trung hòa từ 50 đến 100% mol, tốt hơn nữa nếu từ 60 đến 90 % mol số các nhóm có khả năng tạo thành các anion, tốt hơn nếu sử dụng ammoniac, các amin và/hoặc các rượu amin, ví dụ như đi- và trietylamin, dimetylaminetanolamin, diisopropanolamin, morpholin và/hoặc N-alkylmorpholin. Tốt hơn nếu các nhóm liên kết ngang được sử dụng là các nhóm hydroxyl, số lượng OH theo DIN EN ISO 4629 của polyester phân tán được trong nước tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 10 đến 200 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 20 đến 150.

Tiếp theo, polyeste được điều chế như vậy được phân tán trong nước trong khi hàm lượng rắn mong muốn của chất phân tán được thiết lập. Hàm lượng rắn của các chất phân tán polyeste được điều chế như vậy tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 5% đến 50% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 10% đến 40% khối lượng.

Các hệ chất kết dính (BM) có gốc polyuretan đặc biệt được ưu tiên theo sáng chế tốt hơn nếu thu được từ polyeste nêu trên dưới dạng các tiền chất có nhóm chức hydroxyl thông qua phản ứng với di- hoặc polyisoxyanat thích hợp. Ví dụ về điều chế polyuretan thích hợp được mô tả trong DE-A-27 36 542. Để thiết lập khả năng tan trong nước hoặc khả năng phân tán trong nước, các nhóm có khả năng tạo thành các anion được kết hợp vào các phân tử polyuretan; sau đó trung hòa, các nhóm này đảm bảo là nhựa polyuretan có thể được phân tán ổn định trong nước để tạo ra hệ phân tán polyuretan. Các nhóm có khả năng tạo thành các anion thích hợp tốt hơn là cacboxyl, axit sunfonic, và các nhóm axit photphonic, tốt hơn là các nhóm cacboxyl. Số lượng axit của polyuretan phân tán được trong nước theo DIN EN ISO 3682 tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 10 đến 80mg KOH/g, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 15 đến 40mg KOH/g. Tốt hơn nữa, các nhóm liên kết ngang được dùng là các nhóm hydroxyl, số lượng OH của polyuretan phân tán được trong nước theo DIN EN ISO 4629 tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 10 đến 200 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 15 đến 80. Polyuretan phân tán được trong nước được đặc biệt ưu tiên được tổng hợp từ các tiền chất polyeste có nhóm chức hydroxyl, của loại nêu trên, ví dụ, tốt hơn nếu chúng được phản ứng với các hỗn hợp các chất bisisoxyanat, tốt hơn như hexametylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, TMXDI, 4,4'-metylenbis(cyclohexyl isoxyanat), 4,4'-metylenbis(phenyl isoxyanat), 1,3-bis(1-isoxyanat-I-metyletyl)benzene, cũng như các diol, cụ thể là neopentyl glycol, và hợp chất có khả năng tạo thành các anion, cụ thể là 2,2-bis(hydroxymetyl)propionic axit, để tạo ra polyuretan.

Tùy ý, polyuretan có thể được tổng hợp dưới dạng phân nhánh thông qua việc sử dụng tỉ lệ rượu đa chức, tốt hơn là các triol, và tốt hơn nữa là trimetylolpropan.

Phản ứng được đặc biệt ưu tiên của các đơn vị nêu trên được tiến hành với tỷ lệ giữa số nhóm isoxyanat và số nhóm hydroxyl là 1,4:1,005, tốt hơn nếu là 1,3:1,05.

Theo phương án được đặc biệt ưu tiên khác của sáng chế, ít nhất là 25, tốt hơn nếu ít nhất là 50, % mol của các nhóm isoxyanat chưa phản ứng được cho phản ứng với

amin và/hoặc các rượu amin có độ hay hơi thấp, cụ thể hơn là trietanolamin, dietanolamin hoặc metyletanolamin, và đồng thời, các amin và/hoặc các rượu amin trung hòa một vài trong số các nhóm có khả năng tạo thành anion.

Tốt hơn nếu, các nhóm isoxyanat chưa phản ứng còn lại được phản ứng với các chất kim ché, cụ thể là, các rượu đơn chức, tốt hơn nếu là propanol hoặc butanol, cho tới khi hàm lượng nhóm isoxyanat tự do nhỏ hơn 0,1%, tốt hơn nếu nhỏ hơn 0,05%.

Trong bước cuối của quá trình điều chế chất phân tán polyuretan tốt hơn là, để trung hòa tốt hơn là từ 50 đến 100% mol, tốt hơn nữa nếu từ 60 đến 90 % mol, số các nhóm có khả năng tạo thành anion, bằng cách sử dụng ví dụ, ammoniac, các amin và/hoặc các rượu amin, như đi- và trietylamin, dimetyletanolamin, diisopropanolamin, mocpholin và/hoặc N-alkylmocpholin, và đặc biệt ưu tiên là dimetyletanolamin.

Tiếp theo, polyuretan được điều chế như vậy được phân tán trong nước, hàm lượng rắn mong muốn của chất phân tán được xác lập.

Hàm lượng rắn của các chất phân tán polyuretan được điều chế theo đó tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 5% đến 50% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 10% đến 40% khối lượng.

Theo một phương án thực hiện được đặc biệt ưu tiên của sáng chế, ít nhất một trong các thành phần nêu trên của hệ chất kết dính, cụ thể hơn các thành phần polyeste và polyuretan nêu trên, được điều chế dưới thể phân tán trong nước có hàm lượng dung môi đặc biệt thấp; dung môi được loại bỏ theo cách đã biết đối với chuyên gia, cụ thể là bằng cách chưng cất, cụ thể hơn là sau khi chất kết dính đã được điều chế và trước khi nó được phân tán trong nước. Ưu tiên là, chất phân tán trong nước của thành phần chất kết dính, cụ thể là các chất phân tán polyeste và các chất phân tán polyuretan, được điều chỉnh tới hàm lượng dung môi còn lại thấp hơn 1,5% khối lượng, tốt hơn nữa nếu thấp hơn 1% khối lượng, và tốt hơn nếu thấp hơn 0,5% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất phân tán.

Các chất liên kết ngang hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong nước ưu tiên (V) để liên kết ngang nhờ nhiệt cho các polyme nêu tên đã biết đối với chuyên gia.

Các ví dụ về các chất liên kết ngang thích hợp (V) để liên kết ngang các polyme có nhóm chức epoxy là các polyamin, như tốt hơn là diethylentriamin, các sản phẩm cộng amin hoặc các polyaminoamit. Đặc biệt ưu tiên cho các polyme chức có nhóm chức epoxy là các chất liên kết ngang (V) có gốc là cacboxylic anhydrit, các nhựa melamin, và polyisoxyanat được chặn tùy ý.

Cụ thể, theo ngữ cảnh của sáng chế, các chất liên kết ngang có hàm lượng dung môi thấp (V) được sử dụng, với hàm lượng dung môi còn lại thấp hơn 1,0%, tốt hơn nữa nếu thấp hơn 0,5%, và tốt hơn nhiều nếu thấp hơn 0,2%, khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của các chất liên kết ngang.

Các chất liên kết ngang được đặc biệt ưu tiên (V) để liên kết ngang các polyme chứa hydroxyl được ưu tiên là các nhựa melamin, các nhựa amin và các polyisoxyanat tốt hơn là được chặn.

Đặc biệt ưu tiên để liên kết ngang các polyme chứa hydroxyl là các dẫn xuất melamin, như hexabutoxymetylmelamin và đặc biệt hơn là hexametoxymetylmelamin phản ứng cao, và/hoặc với các nhựa amin được biến đổi tùy ý. Các chất liên kết ngang (V) của loại này đã có sẵn trên thị trường (dưới dạng, ví dụ, Luwipal® của BASF AG). Cụ thể, theo ngữ cảnh của sáng chế, các nhựa melamin có hàm lượng dung môi thấp được sử dụng có các hàm lượng dung môi còn lại thấp hơn 1,0%, tốt hơn nữa nếu thấp hơn 0,5%, và tốt hơn nhiều nếu thấp hơn 0,2%, khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chế phẩm nhựa melamin.

Polyisoxyanat bị chặn được ưu tiên thích hợp với vai trò chất liên kết ngang (V) dùng cho các polyme chứa hydroxyl cụ thể hơn là các oligome của diisoxyanat, như trimetylen diisoxyanat, tetrametylen diisoxyanat, pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, heptametylen diisoxyanat, etyletylen diisoxyanat, trimetylhexan diisoxyanat hoặc diisoxyanat béo không vòng chứa nhóm vòng trong chuỗi cacbon của chúng, như diisoxyanat được dẫn xuất từ các axit béo đime, của loại được bán trên thị trường bởi Henkel dưới tên thương mại là DDI 1410 và được mô tả trong các công bố đơn sáng chế WO 97/49745 và WO 97/49747. Loại sau được đưa vào trong số các diisoxyanat béo theo ngữ cảnh của sáng chế do hai nhóm isoxyanat của chúng được gắn riêng vào các nhóm alkyl, bất kể các nhóm vòng của chúng. Trong số các diisoxyanat nêu trên, hexametylen diisoxyanat được đặc biệt ưu tiên sử dụng. Tốt

hơn nếu sử dụng các oligome chứa isocyanurat, urê, uretan, biuret, uretedion, iminooxadiazinedion, cacbođiimit và/hoặc các nhóm allophanat.

Theo ngữ cảnh quá trình chặn polyisoxyanat có nghĩa là nhóm isoxyanat được phản ứng với chất kìm chế, chất này được loại bỏ một lần nữa khi đun nóng đến nhiệt độ cao hơn. Các ví dụ về các chất kìm chế thích hợp được mô tả trong DE-A-199 14 896, ví dụ, các cột 12 và 13.

Để tăng tốc quá trình liên kết ngang, tốt hơn nếu bổ sung các chất xúc tác thích hợp theo cách đã biết.

Theo một phương án thực hiện khác của sáng chế, quá trình liên kết ngang trong hệ chất kết dính (BM) còn có thể diễn ra theo phản ứng quang hóa. Thuật ngữ “liên kết ngang quang hóa” bao gồm liên kết ngang với mọi loại bức xạ năng lượng cao, ví dụ như tia cực tím, tia hồng ngoại khả kiến, tia cận hồng ngoại hoặc các chùm tia điện tử.

Các hệ chất kết dính hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong nước có thể liên kết ngang bằng phản ứng quang hóa (BM) thường bao gồm các hợp chất oligome hoặc polyme có các nhóm có thể liên kết ngang quang hóa và cũng như, nếu mong muốn, các chất pha loãng có khả năng phản ứng, thường là các hợp chất monome. Các chất pha loãng có khả năng phản ứng có độ nhớt thấp hơn các hợp chất oligome hoặc polyme. Ngoài ra, nói chung, một hoặc nhiều chất khơi mào phản ứng quang hóa cần thiết cho quá trình liên kết ngang bằng phản ứng quang hóa.

Ví dụ về các hệ chất kết dính có thể liên kết ngang quang hóa (BM) bao gồm (met)acrylat, uretan(met)acrylat, polyeste(met)acrylat, epoxy(met)acrylat, cacbonat(met)acrylat, và polyete(met)acrylat đa chức hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong nước, trong đó kết hợp thích hợp với các chất pha loãng có khả năng phản ứng như metyl(met)acrylat, butandiol đi(met)acrylat, hexandiol đi(met)acrylat hoặc trimetylolpropan tri(met)acrylat. Các chi tiết khác của các chất kết dính có thể hóa rắn bằng bức xạ thích hợp cũng đã được mô tả, ví dụ, trong WO-A-20051080484, các trang từ 3 đến 15. Chất khơi mào phản ứng quang hóa thích hợp cũng được mô tả patent này ở các trang 18 và 19. Ngoài ra, đối với hiệu suất của sáng chế, còn có thể sử dụng các hệ chất kết dính (BM) có thể được hóa rắn bằng cả nhiệt lẫn phản ứng quang hóa (các hệ hóa rắn kép).

Tính trên các phần không hóa hơi trong hệ chất kết dính (BM), phân đoạn của chất liên kết ngang (V) dưới dạng tỷ lệ của hệ chất kết dính (BM) tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 5% đến 60% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 7,5% đến 50% khối lượng, tính trên hệ chất kết dính (BM).

Theo một phương án thực hiện khác của sáng chế, khi các hệ chất kết dính (BM) được làm khô vật lý – nói cách khác, khi màng phủ được tạo thành, được thực hiện tốt hơn bằng cách làm khô chế phẩm phủ (B), nói cách khác là thu lại dung môi, các hệ chất kết dính (BM) không hề liên kết ngang hoặc liên kết ngang với mức độ rất nhỏ. Các hệ thống làm khô vật lý ưu tiên là sử dụng các hệ chất kết dính hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong nước nêu trên (BM), đặc biệt hơn là các hệ chất kết dính nêu trên (BM) có gốc polyuretan, có các chất liên kết ngang (V), và đặc biệt hơn là các thành phần hỗ trợ liên kết ngang, như các chất xúc tác hoặc các chất khơi mào, thường không có mặt trong chế phẩm phủ (B).

Chế phẩm phủ (B) được sử dụng theo sáng chế tốt hơn nếu có trong khoảng từ 10% đến 90%, tốt hơn nữa nếu trong khoảng từ 15% đến 85%, đặc biệt hơn là trong khoảng từ 20% đến 80%, khối lượng của hệ chất kết dính (BM), tính trên các thành phần không dễ bay hơi của chế phẩm phủ (B).

Thành phần chất độn (BF)

Thành phần chất độn vô cơ ưu tiên (BF) được sử dụng theo sáng chế tốt hơn nếu bao gồm các chất độn, các bột màu (pigment) vô cơ có tác dụng tạo màu và/hoặc hiệu ứng và/hoặc các bột màu dẫn điện thông thường.

Các chất độn thông thường, cụ thể là để bù cho sự không đồng đều tại nền và/hoặc làm tăng độ bền va đập của lớp phủ được tạo ra từ chế phẩm phủ (B), ưu tiên hơn là đá phấn, hydroxit như nhôm hoặc magie hydroxit, và mica như bột tan (talc) hoặc cao lanh, ưu tiên đặc biệt là bột tan.

Các bột màu có tác dụng tạo màu và/hoặc hiệu ứng được sử dụng tốt nhất là các bột màu vô cơ, cụ thể hơn là bột màu trắng và bột màu đen. Các bột màu trắng được ưu tiên là silic oxit, alumina, và, cụ thể là các titan oxit, cũng như bari sunfat. Các bột màu đen được ưu tiên là oxit sắt và đặc biệt hơn là muối than chì và cacbon.

Các bột màu dẫn điện được sử dụng tốt nhất là photphua, vanadi cacbua, titan nitrua, và molybden. Các phụ gia thuộc loại này có tác dụng, ví dụ, cải thiện tính chịu hàn của lớp phủ được tạo thành từ chế phẩm phủ (B). Các bột màu dẫn điện ưu tiên được sử dụng là photphua kim loại của Zn, Al, Si, Mn, Cr, Ni hoặc, đặc biệt là Fe, ví dụ như được mô tả trong WO 031062327 Al. Bụi kẽm được đặc biệt ưu tiên sử dụng làm bột màu dẫn điện.

Các chất độn có trong thành phần chất độn (BF) tốt nhất có các đường kính hạt trung bình không vượt quá độ dày của lớp phủ tiền xử lý hợp nhất được hóa rắn. Giới hạn trên của kích thước hạt của thành phần chất độn (BF) được đo theo EN ISO 15242002 tốt hơn nếu nhỏ hơn 15µm, tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn nếu nhỏ hơn 12µm, và đặc biệt là nhỏ hơn 10µm.

Tốt hơn nữa nếu, thành phần chất độn (BF) có hàm lượng dung môi tồn dư thấp hơn 1% khối lượng, cụ thể là thấp hơn 0,5% khối lượng, được tính trên (BF) trong từng trường hợp. Tốt nhất nếu, thành phần chất độn (BF) không có dung môi.

Chế phẩm phủ (B) được sử dụng theo sáng chế tốt hơn nếu có trong khoảng từ 5% đến 80%, tốt hơn nữa nếu trong khoảng từ 10% đến 70%, và đặc biệt là trong khoảng từ 15% đến 65% khối lượng, có dựa trên các phần tử không dễ bay hơi của chế phẩm phủ (B), của các chất độn (BF).

Thành phần kiểm soát ăn mòn (BK)

Thành phần kiểm soát ăn mòn (BK) được sử dụng theo sáng chế tốt nhất bao gồm các bột màu vô cơ chống ăn mòn, như đặc biệt hơn là, nhôm photphat, kẽm photphat, kẽm nhôm photphat, molybden oxit, kẽm molybđat, canxi kẽm molybđat, kẽm metaborat hoặc bari metaborat monohydrat. Trong một phương án thực hiện được đặc biệt ưu tiên của sáng chế, các bột màu chống ăn mòn này được sử dụng cùng với silic oxit vô định hình bị biến đổi với các ion kim loại. Tốt hơn nếu, các ion kim loại được chọn từ nhóm bao gồm các ion kim loại kiềm, các ion kim loại kiềm thổ, các ion kim loại lantanit, và còn các ion kẽm và ion nhôm, với ion canxi được đặc biệt ưu tiên. Có thể có được silic oxit vô định hình được biến đổi với ion canxi dưới dạng thương phẩm mang nhãn hiệu Shieldex® (của Grace GmbH & Co. KG).

Ngoài ra, với vai trò một phần của các chế phẩm bột màu chống ăn mòn, có thể sử dụng ancoxit đime, oligome hoặc polyme của nhôm hoặc titan, và nếu thích hợp,

dưới dạng các sản phẩm cộng với các hợp chất chứa photpho, như được mô tả trong WO 031062328 A1.

Các bột màu chống ăn mòn có trong thành phần kiểm soát ăn mòn (BK) tốt nhất có các đường kính hạt trung bình không vượt quá độ dày của lớp phủ tiền xử lý hợp nhất được hóa rắn. Giới hạn trên của kích thước hạt với các bột màu chống ăn mòn (BK) được đo theo EN ISO 1524:2002 tốt hơn nếu nhỏ hơn 15 μm , tốt hơn nữa nếu nhỏ hơn 12 μm , và đặc biệt nếu nhỏ hơn 10 μm .

Tốt hơn nữa nếu, thành phần kiểm soát chất ăn mòn (BK) có hàm lượng dung môi tồn dư thấp hơn 1% khối lượng, cụ thể nhỏ hơn 0,5% khối lượng, tính theo (BK) trong mỗi trường hợp.

Ngoài ra, thay vì hoặc thêm vào các bột màu vô cơ chống ăn mòn nêu trên, các chất kim hãm ăn mòn hữu cơ có khối lượng phân tử thấp và/hoặc thuộc polyme có thể có mặt trong thành phần kiểm soát ăn mòn (BK). Các chất kim hãm ăn mòn hữu cơ được sử dụng tốt nhất là các copolyme hoặc axit dicarboxylic và olefin chưa bão hòa, ví dụ, thuộc loại được mô tả trong WO 20061079628 A1, và đặc biệt ưu tiên là các copolyme của các monome có nitor dị vòng, các monome có các nhóm axit, và các monome vinyl thơm, như được mô tả trong WO 2007/125038 A1. Đặc biệt ưu tiên là các chất phân tán nước của các copolyme được mô tả trong WO 20071125038 được điều chỉnh trong các bước điều chế tiếp theo để hàm lượng dung môi tồn lưu thấp hơn 1%, tốt hơn nếu thấp hơn 0,5%, và đặc biệt hơn nếu thấp hơn 0,2%, khối lượng, tính theo các thành phần dễ bay hơi của chất phân tán nước trong mỗi trường hợp.

Đặc biệt ưu tiên là thành phần kiểm soát ăn mòn (BK) bao gồm ít nhất một kết hợp của các chất kim hãm ăn mòn hữu cơ và vô cơ với, cụ thể là, tổ hợp hiện tại có hàm lượng dung môi tồn lưu thấp hơn 1% khối lượng, tốt hơn nếu thấp hơn 0,5% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của các thành phần kiểm soát ăn mòn (BK) trong mỗi trường hợp.

Chế phẩm phủ (5) được sử dụng theo sáng chế tốt hơn nếu có trong khoảng từ 1% đến 50%, tốt hơn nữa nếu trong khoảng từ 2% đến 40%, và đặc biệt hơn nếu trong khoảng từ 3% đến 35% khối lượng là thành phần kiểm soát ăn mòn (BK), tính trên các phân tử không dễ bay hơi của chế phẩm phủ (B).

Các thành phần khác của chế phẩm phủ (B)

Về thành phần khác, chế phẩm phủ theo sáng chế bao gồm nước và, khi thích hợp, các dung môi hữu cơ ưu tiên hơn là tương hợp với nước với vai trò là thành phần dễ bay hơi bổ sung (BL), chúng được loại bỏ trong quá trình làm khô và đặc biệt hơn là trong quá trình hóa rắn chế phẩm phủ (B).

Trong số các dung môi chung mà về nguyên tắc có thể sử dụng, chuyên gia có thể lựa chọn thích hợp tùy theo điều kiện hoạt động và bản chất của các thành phần được sử dụng. Các ví dụ của các dung môi hữu cơ được ưu tiên, tốt hơn nếu tương hợp với nước, bao gồm ete, polyete, như polyetylen glycol, các rượu ete, như butyl glycol hoặc metoxypropanol, ete glycol axetat, như butyl glycol axetat, xetol, như axetol và metyl etyl keton, và các rượu, như metanol, etanol hoặc propanol. Ngoài ra với lượng nhỏ, có thể sử dụng các dung môi kỵ nước, như cụ thể là, các phần cất dầu mỏ và phần thơm, trong trường hợp đó các dung môi này được sử dụng với vai trò chất phụ gia nhiều hơn, nhằm mục đích kiểm soát các tính chất phủ cụ thể.

Ngoài các thành phần nêu trên, chế phẩm phủ (B) có thể bao gồm một hoặc nhiều chất phụ gia. Chất phụ gia loại này được sử dụng để tinh chỉnh các tính chất của chế phẩm phủ (B) và/hoặc của lớp phủ được tạo ra từ chế phẩm phủ (B). Chất phụ gia nói chung có mặt trong chế phẩm phủ (B) với tỉ lệ lên đến 30% khối lượng, tính trên chế phẩm phủ, tốt hơn nếu lên đến 25% khối lượng, cụ thể hơn nếu lên đến 20% khối lượng.

Các ví dụ về chất phụ gia thích hợp là các chất hỗ trợ lưu biến, các bột màu tạo màu và/hoặc hiệu ứng, chất hấp thu tia cực tím, chất ổn định chống ánh sáng, chất khử gốc tự do, các chất khơi mào polyme hóa gốc tự do, chất xúc tác liên kết ngang nhờ nhiệt, các chất khơi mào phản ứng quang hóa, các chất phụ gia trượt, chất ức chế polyme hóa, chất khử bọt, chất nhũ hóa, chất khử khí, chất làm ướt, chất phân tán, các chất tăng xúc tác dính, chất san phẳng, chất hỗ trợ tạo màng, chất làm đặc, chất làm chậm cháy, chất làm mau khô, chất chống tạo màng, sập, và chất làm mờ, thuộc loại đã biết, ví dụ, từ sách giáo khoa "Lackadditive" [Additives for Coatings] của Johan Bieleman, Wiley-VCH, Weinheim, New York, 1998. Tốt hơn nếu sử dụng chất phụ gia có hàm lượng dung môi tồn dư thấp trong quá trình điều chế chất phụ gia, cụ thể là, chất phân tán có hàm lượng dung môi thấp, chất kiểm soát dòng có hàm lượng dung môi thấp, chất khử bọt có hàm lượng dung môi thấp, cụ thể hơn có hàm lượng dung môi

tồn lưu thấp hơn 1%, tốt hơn nếu thấp hơn 0,8%, và cụ thể hơn là thấp hơn 0,5%, khối lượng, tính trên pha dễ hóa hơi trong mỗi trường hợp.

Chế phẩm phủ (B) được điều chế bằng cách trộn mạnh các thành phần với dung môi. Các hệ thống trộn và phân tán là đã biết đối với chuyên gia.

Các bước của phương pháp theo sáng chế

Trong bước (1) của phương pháp theo sáng chế, chế phẩm phủ (B) được phủ vào bề mặt kim loại của cuộn dây.

Bề mặt kim loại có thể, nếu thích hợp, được làm sạch trước. Khi bước (1) của phương pháp diễn ra lập tức sau khi xử lý bề mặt kim loại, ví dụ như mạ điện phân hoặc mạ nhúng nóng của bề mặt kim loại, chế phẩm phủ (B) nói chung có thể phủ vào cuộn dây mà không cần làm sạch sơ bộ. Trong đó, các cuộn dây cần được phủ được lưu trữ và/hoặc vận chuyển trước khi được phủ bằng chế phẩm phủ (B), chúng thường mang lớp phủ dầu chống ăn mòn hoặc bị nhiễm bẩn cách khác, và do đó cuộn dây cần được làm sạch trước bước (1) của phương pháp. Việc làm sạch có thể diễn ra bằng các kỹ thuật đã biết đối với chuyên gia, với các chất làm sạch thông thường.

Bước phủ chế phẩm phủ (B) vào cuộn dây có thể thực hiện bằng cách phun, rót, hoặc, tốt hơn là phủ bằng trực lăn.

Trong trường hợp phương pháp phủ trực lăn ưu tiên, trực lăn tiếp nhận quay nhúng vào bình chứa chế phẩm phủ (B) và theo cách đó tiếp nhận chế phẩm phủ (B) sẽ được phủ. Chế phẩm này được chuyển từ trực lăn tiếp nhận, trực tiếp hoặc qua ít nhất một trực lăn chuyển tiếp, tới trực lăn phủ quay. Trực lăn này chuyển chế phẩm phủ (B) lên cuộn dây, với quá trình phủ diễn ra theo quy trình phủ trực lăn thuận (dịch chuyển cùng hướng) hoặc quy trình phủ trực lăn nghịch hay dịch chuyển ngược hướng.

Cả hai kỹ thuật này đều có thể sử dụng đối với phương pháp theo sáng chế với quy trình phủ trực lăn thuận (dịch chuyển cùng hướng) được ưu tiên hơn. Tốt hơn nếu, tốc độ cuộn dây nằm trong khoảng từ 80 đến 150 m/phút, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 100 đến 140 m/phút. Tốt hơn nếu, trực lăn phủ có tốc độ quay nằm trong khoảng từ 110 đến 125% tốc độ cuộn dây, và tốt hơn nếu trực lăn nhận có tốc độ quay nằm trong khoảng từ 15 đến 40% tốc độ cuộn dây.

Chế phẩm phủ (B) có thể, theo một phương án thực hiện khác của sáng chế, được bơm trực tiếp vào trong rãnh (khe) giữa hai trục lăn, nó còn được gọi là phương pháp nạp qua khe.

Tốc độ của cuộn dây được chọn bởi công nhân có tay nghề theo các điều kiện làm khô chế phẩm phủ (B) ở bước (2). Thông thường, tốc độ cuộn dây nằm trong khoảng từ 20 đến 200 m/phút, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 80 đến 150 m/phút, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 100 đến 140 m/phút, được thấy là thích hợp, và cũng cần xác định tốc độ cuộn dây bằng các phương pháp nêu trên.

Để làm khô màng của chế phẩm phủ (B) được tạo thành trên cuộn dây, nói cách khác là loại bỏ các thành phần dễ bay hơi (BL) của chế phẩm phủ (B), cuộn dây được phủ như theo bước (1) được đun nóng nhờ thiết bị thích hợp. Việc đun nóng có thể diễn ra bởi truyền nhiệt đối lưu, chiếu xạ với bức xạ cận hoặc viễn hồng ngoại, và/hoặc, trong trường hợp các nền kim loại thích hợp, đặc biệt là sắt, bởi cảm ứng điện từ. Dung môi còn có thể được loại bỏ bằng cách cho tiếp xúc với dòng khí, trong trường hợp đó có thể kết hợp với việc đun nóng như được mô tả trên đây.

Theo sáng chế tốt hơn nếu việc làm khô màng của chế phẩm phủ (B) được tạo thành trên cuộn dây được thực hiện sao cho màng sau khi làm khô vẫn có hàm lượng thành phần dễ bay hơi (BL) tồn lưu không cao hơn 10% khối lượng, tính trên chế phẩm phủ (B), tốt hơn nếu không cao hơn 8% khối lượng, tốt hơn nữa nếu không cao hơn 6% khối lượng. Việc xác định lượng thành phần dễ bay hơi tồn lưu (BL) của chế phẩm phủ diễn ra theo các phương pháp đã biết, tốt hơn nếu theo phương pháp sắc ký khí, tốt hơn nữa nếu kết hợp với phân tích nhiệt trọng.

Tốt hơn nếu quá trình làm khô chế phẩm phủ được thực hiện ở nhiệt độ đỉnh diễn ra trên kim loại (nhiệt độ kim loại đỉnh (PMT-peak metal temperature)), có thể được xác định, ví dụ, bằng phương pháp đo hồng ngoại không tiếp xúc hoặc sử dụng các dải chỉ thị nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 50 đến 110°C, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốc độ của cuộn dây và theo đó thời gian ổn định trong vùng làm khô của dây chuyền phủ cuộn dây được điều chỉnh, theo cách đã biết đối với chuyên gia, theo cách sao cho hàm lượng các thành phần dễ bay hơi tồn lưu được ưu tiên theo sáng chế (BL) được xác lập trong màng được tạo thành từ chế phẩm phủ (B) khi ra khỏi vùng làm khô.

Quá trình làm khô ưu tiên của chế phẩm phủ (B) được thực hiện ở các nhiệt độ kim loại cực đại (PMT-peak metal temperature) dưới nhiệt độ bắt đầu DMA dùng cho phản ứng của các phân tử có thể liên kết ngang trong chế phẩm phủ (B) (được đo bằng thiết bị DMA IV của Rheometric Scientific có tốc độ nung nóng 2°K/phút , tần số 1Hz, và biên độ 0,2%, bằng cách sử dụng phương pháp đo “kiểu căng-chùng” (“tensile mode-tensile off”) trong chế độ “delta”, vị trí của nhiệt độ bắt đầu DMA được xác định theo cách đã biết bằng cách ngoại suy hành trình phụ thuộc nhiệt độ của E' và/hoặc của $\tan\delta$). Đặc biệt ưu tiên là quá trình làm khô được thực hiện ở PMT là 5°K , đặc biệt hơn nếu là 10°K , dưới nhiệt độ bắt đầu DMA dùng cho phản ứng của các phân tử có thể liên kết ngang trong chế phẩm phủ (B).

Để mô phỏng trong phòng thí nghiệm quá trình phủ chế phẩm phủ (B) trong quy trình phủ cuộn dây, chế phẩm phủ (B) được phủ, tốt hơn bằng cách sử dụng các thanh phủ, lên các tấm của nền cần được phủ, với độ dày màng ướt có thể so sánh với độ dày của lớp phủ cuộn dây. Tốt hơn nếu, quá trình mô phỏng trong phòng thí nghiệm quá trình làm khô chế phẩm phủ (B) trong quy trình phủ cuộn dây được thực hiện trong lò cấp khí cưỡng bức, trong đó đặt nhiệt độ kim loại đỉnh (PMT-peak metal temperature) tương thích với lớp phủ cuộn dây.

Độ dày của màng đã khô của chế phẩm phủ (B) được tạo ra theo bước (2) của phương pháp thường nằm trong khoảng từ 1 đến $15\mu\text{m}$, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 5 đến $12\mu\text{m}$, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 3 đến $10\mu\text{m}$.

Giữa các bước (2) và (3) của phương pháp, cuộn dây có màng đã khô của chế phẩm phủ (B) có thể được cuộn lại một lần nữa và một hoặc nhiều lớp phủ tiếp theo có thể chỉ được phủ lên ở một thời điểm sau đó.

Ở bước (3) của phương pháp theo sáng chế, một hoặc nhiều vật liệu phủ trên cùng (D) được phủ lên màng đã khô của chế phẩm phủ (B) được tạo ra theo bước (2) của phương pháp, mọi chế phẩm phủ thích hợp để phủ cuộn dây có thể thích hợp với vai trò lớp phủ trên cùng.

Vật liệu phủ trên cùng (D) có thể được phủ bằng cách phun, rót hoặc, tốt hơn nếu bằng phương pháp phủ trực lăn được mô tả trên đây. Tốt hơn nếu vật liệu phủ trên cùng có bột màu (D) với độ dẻo cao được phủ để không chỉ tạo ra màu mà còn bảo vệ chống tiếp xúc cơ học và chống lại các tác động của thời tiết lên cuộn dây được phủ.

Vật liệu phủ trên cùng (D) thuộc loại này được mô tả, ví dụ, trong EP-A1-1 335 945 hoặc EP-A1-1 556 451. Theo một phương án thực hiện được ưu tiên khác của sáng chế, các vật liệu phủ trên cùng (D) có thể bao gồm hệ hai lớp từ lớp nền tạo màu và lớp trên cùng trong suốt. Các hệ phủ trên cùng hai lớp này thích hợp để phủ các cuộn dây đã được mô tả, ví dụ, trong DE-A-100 59 853 và WO-A-2005/016985.

Ở bước (4) của phương pháp theo sáng chế, màng của chế phẩm phủ (B) được phủ và làm khô ở bước (2) của phương pháp được hóa rắn, nghĩa là, tạo liên kết ngang, cùng với màng phủ trên cùng (D) được phủ ở bước (3) của phương pháp, các thành phần bay hơi tồn dư (BL) từ màng đã khô của chế phẩm phủ (B) và cả dung môi từ vật liệu phủ trên cùng (D) cùng được loại bỏ.

Quá trình liên kết ngang chịu ảnh hưởng của bản chất của các chất kết dính (BM) được sử dụng trong chế phẩm phủ (B) và cả của các chất kết dính được dùng trong màng phủ trên cùng (D), và có thể diễn ra nhờ nhiệt và/hoặc, khi thích hợp, nhờ phản ứng quang hóa.

Trong trường hợp liên kết ngang nhờ nhiệt theo sáng chế, cuộn dây được phủ theo các bước từ (1) đến (3) của phương pháp được đun nóng bằng thiết bị thích hợp. Việc đun nóng có thể thực hiện bằng cách chiếu xạ với bức xạ cận hoặc viễn hồng ngoại, cảm ứng điện trong trường hợp các nền kim loại thích hợp, đặc biệt hơn là sắt và, tốt hơn nếu bằng truyền nhiệt đối lưu. Việc loại bỏ dung môi còn có thể được hoàn thành bằng cách cho tiếp xúc với dòng khí, trong trường hợp đó có thể kết hợp với đun nóng như đã mô tả trên đây.

Nhiệt độ cần thiết cho quá trình liên kết ngang chịu ảnh hưởng cụ thể hơn của các chất kết dính được dùng trong chế phẩm phủ (6) và trong màng phủ trên cùng (D). Tốt hơn nếu quá trình liên kết ngang diễn ra ở nhiệt độ đỉnh trên kim loại (PMT) ít nhất là 80°C, tốt hơn nữa nếu ít nhất là 100°C, và tốt hơn rất nhiều nếu ít nhất là 120°C. Đặc biệt hơn sự liên kết ngang được thực hiện ở các giá trị PMT nằm trong khoảng từ 120 đến 300°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 140 đến 280°C, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 150 đến 260°C.

Tốc độ của cuộn dây và theo đó thời gian lưu trong vùng lò của dây chuyển phủ cuộn dây tốt hơn nếu được điều chỉnh theo cách đã biết đối với chuyên gia, theo cách sao cho quá trình liên kết ngang trong màng được tạo thành từ chế phẩm phủ (B) và

trong màng được tạo thành từ vật liệu phủ trên cùng (D) về cơ bản được hoàn thành khi ra khỏi vùng lò. Khoảng thời gian của quá trình liên kết ngang tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 10 giây đến 2 phút. Ví dụ, khi các lò truyền nhiệt đối lưu được sử dụng, cần có các lò cấp khí cưỡng bức có chiều dài trong khoảng từ 30 đến 50m trong trường hợp tốc độ được ưu tiên của cuộn dây. Nhiệt độ cấp khí cưỡng bức trong trường hợp này dĩ nhiên cao hơn so với PMT và có thể lên tới 350°C.

Quá trình liên kết ngang nhờ phản ứng quang hóa thường diễn ra khi có bức xạ quang hóa, theo đó nó có nghĩa là, ánh sáng dưới hồng ngoại, cận hồng ngoại, khả kiến (VIS), bức xạ cực tím (UV), các tia X, hoặc bức xạ hạt, như các chùm tia điện tử. Đối với quá trình liên kết ngang nhờ phản ứng quang hóa, tốt hơn nếu sử dụng bức xạ UV/VIS. Sự chiếu xạ có thể được thực hiện, nếu thích hợp, trong điều kiện không có oxy, ví dụ như trong môi trường khí trơ. Quá trình liên kết ngang nhờ phản ứng quang hóa có thể diễn ra trong điều kiện nhiệt độ chuẩn, đặc biệt là khi cả chế phẩm phủ (B) lẫn vật liệu lớp phủ trên cùng (D) liên kết ngang chỉ bằng phản ứng quang hóa. Nói chung quá trình liên kết ngang nhờ phản ứng quang hóa thực hiện ở nhiệt độ cao, ví dụ nhiệt độ trong khoảng từ 40 đến 200°C, đặc biệt hơn khi một trong số các chế phẩm phủ (B) và (D) liên kết ngang bằng phản ứng quang hóa và chế phẩm còn lại liên kết ngang nhờ nhiệt, hoặc khi một hoặc cả hai chế phẩm phủ (B) và (D) liên kết ngang nhờ quang hóa và nhờ nhiệt.

Độ dày của hệ phủ được tạo ra trong bước (4) của phương pháp, gồm lớp phủ được hóa rắn dựa trên chế phẩm phủ (B) và lớp phủ được hóa rắn dựa trên vật liệu phủ trên cùng (D), thường nằm trong khoảng từ 2 đến 60 μm , tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 4 đến 50 μm , tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 6 đến 40 μm .

Để mô phỏng trong phòng thí nghiệm quá trình phủ vật liệu phủ trên cùng (D) trong quy trình phủ cuộn dây, vật liệu phủ trên cùng (D) được phủ, tốt hơn nếu bằng cách sử dụng các thanh phủ, lên chế phẩm phủ đã khô (B), với độ dày màng ướt có thể so sánh với độ dày của lớp phủ cuộn dây. Mô phỏng trong phòng thí nghiệm quá trình hóa rắn chung của chế phẩm phủ (B) và của vật liệu phủ trên cùng (D) trong quy trình phủ cuộn dây được thực hiện tốt hơn nếu trong các lò cấp khí cưỡng bức, trong đó đặt nhiệt độ cực đại (PMT-peak metal temperature) có thể so sánh với lớp phủ cuộn dây.

Các hệ phủ được tạo ra theo phương pháp của sáng chế có thể được phủ cụ thể là lên bề mặt bằng sắt, thép, kẽm, hoặc các hợp kim kẽm, như các hợp kim kẽm nhôm, ví dụ, như Galvalume® và Galfan®, hoặc các hợp kim kẽm magie, magie hoặc các hợp kim magie, hoặc nhôm hoặc các hợp kim nhôm.

Các cuộn dây có hệ phủ được tạo ra theo phương pháp của sáng chế có thể được xử lý bằng các biện pháp, ví dụ, cắt, tạo hình, hàn và/hoặc nối, để tạo thành các phần kim loại được tạo hình. Theo đó sáng chế còn tạo ra các vật phẩm được tạo hình được sản xuất bởi các cuộn dây tạo ra theo sáng chế. Thuật ngữ “vật phẩm được tạo hình” nhằm bao gồm không chỉ các tấm, lá hoặc cuộn kim loại được phủ mà còn bao gồm các thành phần kim loại thu được từ chúng.

Các thành phần này cụ thể hơn là những gì có thể được dùng để ghép tấm, phủ mặt hoặc lót bề mặt. Các ví dụ bao gồm thân xe ô tô hoặc phần của chúng, thân xe tải, khung cho xe hai bánh như xe máy hoặc xe đạp, hoặc bộ phận dùng cho các phương tiện này, như lớp bọc hoặc các tấm, vỏ cho các thiết bị điện gia dụng như máy giặt, máy rửa bát, máy sấy đồ giặt, lò ga và lò điện, lò vi sóng, tủ đông hoặc tủ lạnh, ví dụ, tấm ghép dùng cho dụng cụ hoặc hệ thống kỹ thuật như máy móc, tủ chuyển mạch, vỏ máy tính và tương tự, ví dụ, các cấu kiện xây dựng trong lĩnh vực kiến trúc, như các phần tường, cấu kiện mặt tiền, cấu kiện lát sàn, thanh định hình để chế tạo cửa sổ, cửa hoặc các vách ngăn, đồ đạc được làm từ vật liệu kim loại, như tủ kim loại, giá kim loại, các bộ phận của đồ đạc, hoặc các đồ đạc khác. Các thành phần cũng có thể là các vật rỗng để đựng chất lỏng hoặc các chất khác, ví dụ như, lon, bình hoặc thùng.

Các ví dụ sau đây nhằm minh họa sáng chế

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ điều chế 1: Điều chế thể phân tán polyuretan (PUD-polyurethane dispersion) có hàm lượng dung môi thấp

Điều chế tiền polyme diol polyeste chứa hydroxyl:

1158,2 g axit béo đime Pripol® 1012 (Uniqema), 644 g hexandiol, và 342,9 g axit isophtalic được cân và cho thêm 22,8 g cyclohexan vào thùng khuấy được trang bị cột nhồi và bộ tách nước và lượng nguyên liệu ban đầu này được đun nóng đến 220°C trong khí quyển nitơ. Với chỉ số axit nhỏ hơn 4 mg KOH/g và độ nhớt từ 5 đến 7 dPas

(pha loãng 76% trong xylen), áp suất kém được tạo ra ở 150°C và các thành phần dễ bay hơi được loại bỏ. Polyeste được làm nguội, pha loãng với metyl etyl keton, và điều chỉnh đến hàm lượng rắn là 73%.

Điều chế thể phân tán polyuretan:

1699,6 g tiền polyme diol polyeste dạng dung dịch trong metyl etyl keton, 110,8 g axit đimetylpropionic, 22,7 g neopentyl glycol, 597,6 g đicyclohexylmetan diisoxyanat (Desmodur® W từ Bayer AG), và 522 g metyl etyl keton được nạp vào thùng khuấy và được đun nóng có khuấy ở 78°C trong khí quyển nitơ. Khi lượng nhóm isoxyanat là 1,3% không đổi, tính theo lượng chất rắn, ứng với tỷ lệ giữa số nhóm isocyanat và số nhóm hydroxyl là khoảng 1,18:1, 64 g trietanolamin được thêm vào. Hỗn hợp phản ứng được khuấy đến khi có hàm lượng nhóm isoxyanat là 0,3%, tính trên lượng chất rắn, tương ứng với việc chuyển hóa khoảng 75 % mol số nhóm isoxyanat chưa phản ứng ban đầu. Sau đó các nhóm isoxyanat còn lại được phản ứng với 51,8 g n-butanol và phản ứng được hoàn thành bằng cách khuấy ở 78 °C trong một giờ nữa. Sau phản ứng, hàm lượng nhóm isoxyanat tự do < 0,05%. Sau đó 58,1 g đimetyletanolamin được thêm vào, 3873,5 g nước cất được thêm từng giọt trong khoảng 90 phút và thể phân tán tạo thành được khuấy trong một giờ nữa. Polyuretan được điều chế theo đó có chỉ số OH theo DIN EN ISO 4629 là 37 mg KOH/g, chỉ số axit theo DIN EN ISO 3682 là 23 mg KOH/g, và mức độ trung hòa là 74 % mol của các nhóm có khả năng tạo thành anion.

Để giảm lượng dung môi tồn lưu, các thành phần dễ bay hơi được loại bỏ dưới áp suất thấp ở 78°C cho tới khi chỉ số khúc xạ của phần chưng cất thấp hơn 1,335 và hàm lượng metyl etyl keton được phát hiện bằng phương pháp sắc ký khí thấp hơn 0,3% khối lượng, tính trên hỗn hợp chất phản ứng. Hàm lượng rắn của thể phân tán tạo thành được điều chỉnh thành 30% bằng nước cất. Thể phân tán polyuretan có độ nhớt thấp, pH từ 8 đến 9, và hàm lượng dung môi tồn dư theo phương pháp sắc ký khí là 0,35% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất phân tán.

Ví dụ so sánh 1: Điều chế chất phân tán polyuretan (PUD') mà không tối ưu hòa hàm lượng dung môi tồn lưu

Thể phân tán polyuretan được điều chế theo ví dụ điều chế 1 nhưng không có bước cuối làm giảm lượng dung môi tồn lưu. Thể phân tán polyuretan có độ nhớt thấp,

pH từ 8 đến 9, và lượng dung môi tồn dư bằng 1,04% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất phân tán.

Ví dụ theo sáng chế 2: Điều chế chế phẩm phủ có hàm lượng dung môi thấp theo sáng chế (B)

Trong bình khuấy thích hợp, theo thứ tự được quy định, 20 phần khối lượng chất phân tán polyuretan (PUD) như trong ví dụ điều chế 1, 7,1 phần khối lượng phụ gia phân tán dung môi thấp (lượng dung môi hữu cơ tồn lưu $< 0,02\%$ khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của phụ gia phân tán), 1,7 phần khối lượng chất kiểm soát dòng thông thường với tác dụng của chất khử bọt (hàm lượng dung môi hữu cơ tồn lưu là 0,21% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất kiểm soát dòng), 0,2 phần khối lượng silicat, và 24,2 phần khối lượng hỗn hợp không dung môi bao gồm các bột màu vô cơ chống ăn mòn, đã biết đối với chuyên gia, và các chất độn, được trộn và hỗn hợp được phân tán sơ bộ bằng cách sử dụng thiết bị hòa tan trong mười phút. Hỗn hợp tạo thành được chuyển tới máy nghiền hạt có áo làm mát và được trộn với từ 1,8 đến 2,2 mm hạt thủy tinh SAZ. Khối nghiền được nghiền trong 45 phút, nhiệt độ được giữ tối đa là 50°C bằng cách làm mát. Sau đó khối nghiền được tách ra khỏi hạt thủy tinh. Giới hạn trên của kích thước hạt đối với các chất độn và các bột màu chống ăn mòn, theo EN ISO 1524:2002, là thấp hơn 10 μm sau khi nghiền.

Khối nghiền được trộn có khuấy, nhiệt độ được giữ không cao hơn 60°C bằng cách làm mát, và theo thứ tự nêu trên, với 29,5 phần khối lượng thể phân tán polyuretan (PUD) ở ví dụ điều chế 1, 4,6 phần khối lượng chất liên kết ngang nhựa melanin có hàm lượng dung môi thấp (hàm lượng dung môi hữu cơ tồn lưu là 0,04% khối lượng, tính theo các thành phần dễ bay hơi của nhựa melamin), 0,9 phần khối lượng chất khử bọt có hàm lượng dung môi thấp (hàm lượng dung môi hữu cơ tồn lưu $< 0,02\%$ khối lượng, tính các thành phần dễ bay hơi của chất khử bọt), 1,4 phần khối lượng chất xúc tác có tính axit từ nhóm các axit sunfonic thơm bị chặn, 1 phần khối lượng chất kiểm soát dòng thông thường có tác dụng của chất khử bọt (hàm lượng dung môi hữu cơ tồn lưu là 0,21% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất kiểm soát dòng), và 1 phần khối lượng chất hỗ trợ kiểm soát dòng có gốc acrylat khác (hàm lượng dung môi hữu cơ tồn lưu là 0,45% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất kiểm soát dòng). Trong bước cuối cùng, 8,4 phần khối lượng thể phân tán trong nước của copolyme có 45% khối lượng là N-vinylimido, 25% khối lượng là axit

vinylphosphonic, và 30% khối lượng là styren, được điều chế theo ví dụ 1 của WO-A-2007/125038, được thêm vào, hàm lượng dung môi tồn lưu đã được điều chỉnh trong bước điều chế tiếp theo để $< 0,1\%$ khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất phân tán của copolyme.

Phần dung môi tồn dư trong chế phẩm phủ có nước (B) theo sáng chế chiếm 2,2% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi (BL) của chế phẩm phủ (B).

Ví dụ so sánh 2: Điều chế chế phẩm phủ (B') mà không tối ưu hóa lượng dung môi tồn lưu

Trong bình khuấy thích hợp, theo thứ tự được quy định, 20 phần khối lượng chất phân tán polyuretan (PUD) ở ví dụ so sánh 1, 4,2 phần khối lượng phụ gia phân tán thông thường (hàm lượng dung môi hữu cơ tồn lưu là 2,0% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của phụ gia phân tán), 1,6 phần khối lượng chất kiểm soát dòng thông thường có tác dụng của chất khử bọt (lượng dung môi hữu cơ tồn lưu là 0,21% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất kiểm soát dòng), 0,2 phần khối lượng silicat, và 24,0 phần khối lượng hỗn hợp không có dung môi bao gồm các bột màu vô cơ chống ăn mòn, đã biết đối với chuyên gia, và các chất độn, được trộn và hỗn hợp được phân tán sơ bộ bằng cách sử dụng thiết bị hòa tan trong mười phút. Hỗn hợp tạo thành được chuyển tới máy nghiền hạt có áo làm mát và được trộn với từ 1,8 đến 2,2 mm hạt thủy tinh SAZ. Khối nghiền được nghiền trong 45 phút, nhiệt độ được giữ tối đa là 50°C bằng cách làm mát. Sau đó, khối nghiền được tách khỏi hạt thủy tinh. Giới hạn trên của kích thước hạt đối với các chất độn và các bột màu chống ăn mòn, theo EN ISO 1524:2002, thấp hơn 10 μm sau khi nghiền.

Khối nghiền được trộn lẫn có khuấy, nhiệt độ được giữ ở không cao hơn 60°C bằng cách làm mát, và theo thứ tự nêu trên, với 26,6 phần khối lượng chất phân tán polyuretan (PUD) ở ví dụ điều chế 1, 4,6 phần khối lượng chất liên kết ngang nhựa melamin thông thường (hàm lượng tồn lưu của dung môi hữu cơ là 1,0% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của nhựa melamin), 0,9 phần khối lượng chất khử bọt có hàm lượng dung môi thấp (hàm lượng dung môi hữu cơ tồn lưu $< 0,02\%$ khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất khử bọt), 2,9 phần khối lượng chất xúc tác có tính axit thông thường từ nhóm các axit sunfonic thơm bị chặn (hàm lượng dung môi hữu cơ tồn lưu là 1,65% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của

chất khử bọt), 1 phần khối lượng chất kiểm soát dòng thông thường có tác dụng của chất khử bọt (hàm lượng dung môi hữu cơ tồn lưu là 0,21% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất kiểm soát dòng), và 1 phần khối lượng chất hỗ trợ kiểm soát dòng có gốc acrylat khác (hàm lượng dung môi hữu cơ tồn lưu là 0,45% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất kiểm soát dòng). Trong bước cuối cùng, 10,7 phần khối lượng thể phân tán trong nước của copolyme có 45% khối lượng là N-vinylimido, 25% khối lượng là axit vinylphosphonic, và 30% khối lượng là styren, được điều chế theo ví dụ 1 của WO-A-2007/125038, được bổ sung (hàm lượng dung môi hữu cơ tồn lưu là 3,87% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của copolyme). Để đạt độ nhớt xử lý cần thiết, thêm 2,3 phần khối lượng của nước được khử ion hóa hoàn toàn được thêm vào.

Phần dung môi tồn dư trong chế phẩm phủ có nước (B') theo ví dụ so sánh 2 chiếm 21,7% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi (BL') của chế phẩm phủ (B').

Ví dụ 3: Phủ chế phẩm phủ theo phương pháp của sáng chế

Các thử nghiệm lớp phủ được thực hiện bằng cách sử dụng các tấm thép mạ kẽm loại Z, độ dày 0,9 mm (OEHDG, Chemetall). Các tấm này được làm sạch trước theo kỹ thuật đã biết. Các chế phẩm phủ (B) và (B') như đã được mô tả được phủ bằng cách sử dụng các thanh phủ với độ dày màng ướt sao cho khi làm khô các lớp phủ cho kết quả là độ dày màng khô là 5 μm . Các chế phẩm phủ (B) và (B') được làm khô trong lò cấp khí cưỡng bức của Hofmann có nhiệt độ cấp khí cưỡng bức là 185°C và công suất quạt là 10% trong 22 giây, cho PMT là 88°C.

Nhiệt độ bắt đầu DMA (được đo trên DMA IV của Rheometric Scientific có tốc độ nung nóng là 2°K/phút, tần số 1 Hz, và biên độ 0,2% với phương pháp đo “kiểu căng-chùng” (“tensile mode-tensile off”) trong chế độ “delta”, vị trí của nhiệt độ bắt đầu DMA được xác định theo cách đã biết bằng cách ngoại suy hành trình phụ thuộc nhiệt độ của E') đối với phản ứng của các phân tử có thể liên kết ngang trong chế phẩm phủ (B) hoặc (B') bằng 102°C.

Hàm lượng chất bay hơi của màng được sấy khô của chế phẩm phủ (B) hoặc (B') là 4,5% khối lượng, tính trên màng đã khô.

Màng được tạo ra theo phương pháp của sáng chế với chế phẩm phủ dung môi thấp (B) ở bước (2) thể hiện khả năng san phẳng đặc biệt tốt kể cả ở nhiệt độ thấp và khả năng phủ ngoài của nó rất tốt bất kể việc không có quá trình hóa rắn hóa học nào diễn ra (bảng 1).

Khi so sánh, màng được tạo ra bằng chế phẩm phủ có hàm lượng dung môi cao hơn (B') ở bước (2) thể hiện độ nhám bề mặt rõ rệt và do đó có khả năng san phẳng kém, và khả năng phủ ngoài bị tổn hại đáng kể (bảng 1).

Sau đó, vật liệu phủ trên cùng (D) loại Polyceram® PH của BASF Coatings AG được phủ bằng cách sử dụng các thanh phủ với độ dày màng ướt sao cho quá trình làm khô các lớp phủ trong hệ bao gồm màng sơn lót (B) hoặc (B') và màng phủ trên cùng (D) dẫn đến kết quả là độ dày màng khô là 25 μm . Hệ bao gồm màng sơn lót (B) hoặc (B') và lớp phủ trên cùng (D) được đun nóng trong lò hầm của Hedinair với nhiệt độ cấp khí cưỡng ép là 365°C và tốc độ băng chuyền sao cho kết quả thu được là PMT là 243°C.

Các thuộc tính sau đây, có tính quyết định đối với các lớp phủ cuộn dây, được xác định trên hệ được tạo thành như vậy của chế phẩm phủ (B) hoặc (B') và lớp phủ trên cùng (D) (bảng 1).

Thử nghiệm MEK:

Quy trình theo EN ISO 13523-11. Phương pháp này định rõ độ bền của các màng phủ đối với việc tiếp xúc các dung môi chẳng hạn như methyl ethyl keton.

Thử nghiệm bao gồm chà xát gạc bông có tẩm methyl ethyl keton lên màng phủ dưới khối lượng tác dụng xác định. Số lần chà xát kép đến khi có thể thấy được hư hại màng phủ đầu tiên là giá trị MEK được báo cáo.

Thử nghiệm uốn-T:

Quy trình theo DIN ISO 1519. Phương pháp thử nghiệm nhằm phát hiện các rạn nứt của các lớp phủ dưới ứng suất uốn ở nhiệt độ phòng (20°C). Các dải để thử nghiệm được cắt ra và uốn trước thành góc khoảng 135°.

Sau khi uốn cong các mép, các khuôn ép có độ dày thay đổi được đặt giữa các lưỡi để uốn sơ bộ. Sau đó, các lưỡi được ép vào nhau với lực xác định. Mức độ tạo hình được báo cáo thông qua giá trị T. Mỗi quan hệ được sử dụng ở đây như sau:

$$T=r/d$$

r = bán kính tính bằng cm

d = độ dày của tấm kim loại tính bằng cm

Quá trình vận hành bắt đầu ở 0 T và bán kính uốn được tăng lên cho tới khi các rạn nứt không còn xuất hiện nữa. Đặc điểm này là giá trị uốn-T sẽ được báo cáo.

Thử nghiệm bằng:

Quy trình theo DIN ISO 1519. Phương pháp kiểm tra có tác dụng xác định độ dính của các lớp phủ dưới ứng suất uốn ở nhiệt độ phòng (20°C).

Các băng để kiểm tra được cắt ra và được uốn trước quanh các mép khoảng 135°. Sau khi uốn cong các mép xung quanh, các khuôn ép có độ dày thay đổi được đặt giữa các lưỡi của quá trình uốn trước. Sau đó, các lưỡi được ép vào nhau với lực xác định. Mức độ tạo hình được báo cáo theo giá trị T. Mỗi quan hệ được sử dụng ở đây như sau:

$$T=r/d$$

r = bán kính tính bằng cm

d = độ dày của tấm kim loại tính bằng cm

Quá trình vận hành bắt đầu ở 0 T và bán kính uốn được tăng lên cho tới khi vật liệu phủ không thể bị tách ra bởi băng dính (Tesa® 4104). Con số này là giá trị băng được báo cáo.

Thử nghiệm kiểm soát ăn mòn:

Để kiểm tra tác dụng chống ăn mòn của các lớp phủ theo sáng chế, các tấm thép được mạ kẽm được đưa vào kiểm nghiệm phun muối theo DIN 50021 trong 360 giờ.

Sau khi kết thúc quá trình tiếp xúc với ăn mòn, các tấm thử nghiệm được đánh giá bằng cách đo diện tích hư hại của lớp phủ (xu hướng ăn mòn dưới màng) ở rìa và ở chỗ đánh dấu đã được vạch (theo DIN 55928)

Bảng sau đây trình bày kết quả của tất cả các khảo sát được nhắc đến trên đây.

Bảng 1:

Chế phẩm phủ	(B)' có làm khô trước khi phủ màng phủ trên cùng (không tối ưu hóa hàm lượng dung môi)	(B) có làm khô trước khi phủ màng phủ trên cùng (theo sáng chế)
--------------	--	---

Sự san phẳng của lớp phủ được tạo thành từ chế phẩm phủ (B) hoặc (B)'	Nhám, có đường sọc	Màng rất nhẵn, không có lỗi có thể thấy hoặc sờ được
Khả năng phủ ngoài của màng đã khô ở bước (2)	Bị giới hạn do độ nhám bề mặt	Rất tốt
Thử nghiệm MEK đối với hệ sơn lót/lớp phủ trên cùng được đun nóng ở bước (4) [chà xát kép]	72	>100
Thử nghiệm uốn-T đối với hệ sơn lót/lớp phủ trên cùng được đun nóng ở bước (4) [giá trị T]	2,5	2,0
Thử nghiệm băng đối với hệ sơn lót/lớp phủ trên cùng được đun nóng ở bước (4) [giá trị T]	1,0	0,5
Thử nghiệm ăn mòn đối với hệ sơn lót/lớp phủ trên cùng được đun nóng ở bước (4) (360 giờ, thép không gỉ): rìa bên trái [mm ăn mòn dưới màng]	>20	2,5
- Góc tay phải [mm ăn mòn dưới màng]	>20	2,5
- Chỗ đánh dấu đã được vạch [mm ăn mòn dưới màng]	>20	0,5

Độ bền dung môi trong thử nghiệm MEK đối với hệ bao gồm sơn lót và lớp phủ cuối cùng, được đun nóng trong bước (4) của phương pháp khi sử dụng chế phẩm phủ được tối ưu hóa hàm lượng dung môi (B) cao hơn đáng kể so với trường hợp chế phẩm phủ có hàm lượng dung môi cao hơn (B'). Ngoài ra có thể quan sát thấy khả năng chống ăn mòn được cải thiện mạnh mẽ ở phần của hệ gồm sơn lót và lớp phủ cuối cùng, được đun nóng ở bước (4) của phương pháp, và khả năng được cải thiện trong thử nghiệm uốn-T và trong thử nghiệm băng khi sử dụng chế phẩm phủ được tối ưu hóa hàm lượng dung môi (B), so với sử dụng chế phẩm phủ có hàm lượng dung môi cao hơn (B)'.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp phủ cuộn dây bao gồm các bước:

(1) phủ hợp phần phủ sơn lót có nước (B) bao gồm ít nhất một hệ chất kết dính có thể liên kết ngang nhờ nhiệt (BM), ít nhất một thành phần chất độn (BF), ít nhất một thành phần kiểm soát ăn mòn (BK), và các thành phần dễ bay hơi (BL), lên bề mặt kim loại được làm sạch tùy ý, hợp phần phủ (B) có hàm lượng dung môi hữu cơ nhỏ hơn 5% khối lượng, dựa trên các thành phần dễ bay hơi (BL) của hợp phần phủ (B),

(2) làm khô màng tiền xử lý hợp nhất được tạo thành từ hợp phần phủ sơn lót (B),

(3) phủ màng phủ trên cùng (D) lên màng tiền xử lý hợp nhất được làm khô như ở bước (2), và

(4) cùng hóa rắn các màng của hợp phần phủ (B) và lớp phủ trên cùng (D),

trong đó quá trình làm khô ở bước (2) của phương pháp được thực hiện ở nhiệt độ kim loại đỉnh (peak metal temperature-PMT) dưới nhiệt độ bắt đầu phân tích cơ nhiệt động học (DMA) cho phản ứng của các thành phần có thể liên kết ngang của hệ chất kết dính (BM), và

trong đó hệ chất kết dính (BM) bao gồm ít nhất một chất kết dính hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong nước trên cơ sở polyeste và/hoặc polyuretan.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó quá trình làm khô ở bước (2) của phương pháp được thực hiện ở các nhiệt độ kim loại đỉnh (peak metal temperature-PMT) nằm trong khoảng từ 40 đến 120°C.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó màng tiền xử lý hợp nhất được tạo thành ở bước (2) vẫn chứa, sau khi làm khô, hàm lượng thành phần dễ bay hơi (BL) tồn lưu không cao hơn 10% khối lượng, tính trên hợp phần phủ (B).

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó ít nhất một trong các thành phần chất kết dính của hệ chất kết dính (BM) được sử dụng là thể phân tán trong nước của chất kết dính hòa tan được trong nước hoặc phân tán được trong

nước, trong đó thể phân tán này có lượng dung môi tồn dư không lớn hơn 1,5% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của thể phân tán này.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hợp phân phủ bao gồm ít nhất một chất liên kết ngang (V) có hàm lượng dung môi tồn dư nhỏ hơn 1,0% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của chất liên kết ngang (V).

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó thành phần kiểm soát ăn mòn (BK) bao gồm ít nhất một tổ hợp của các chất kim hãm ăn mòn hữu cơ và vô cơ, các thành phần kiểm soát ăn mòn (BK) có hàm lượng dung môi tồn lưu thấp hơn 1% khối lượng, tính trên các thành phần dễ bay hơi của các thành phần kiểm soát ăn mòn (BK).

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó quá trình hóa rắn ở bước (4) của phương pháp được thực hiện ở các nhiệt độ kim loại đỉnh (peak metal temperature-PMT) nằm trong khoảng từ 150 đến 260°C.

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó hợp phân phủ (B) được phủ ở bước (1) lên cuộn dây bằng quá trình phủ con lăn thuận (dịch chuyển cùng hướng) hoặc quá trình phủ con lăn nghịch (dịch chuyển ngược hướng).

9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó tốc độ của cuộn dây nằm trong khoảng từ 80 đến 150 m/phút, con lăn phủ có tốc độ biên nằm trong khoảng từ 110% đến 125% tốc độ của cuộn dây, và con lăn nhận có tốc độ quay nằm trong khoảng từ 15% đến 40% tốc độ của cuộn dây.

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó cuộn dây để phủ bao gồm vật liệu được chọn từ nhóm bao gồm sắt, thép, kẽm hoặc các hợp kim kẽm, magie hoặc các hợp kim magie, và nhôm hoặc các hợp kim nhôm.