



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0029552

(51)⁷ A47J 36/02; C09D 179/08; C08L 79/08; (13) B
B05D 5/08; C08K 5/54

(21) 1-2016-02676	(22) 16/12/2014
(86) PCT/FR2014/053368 16/12/2014	(87) WO 2015/092262 25/06/2015
(30) 1363355 20/12/2013 FR	
(45) 25/09/2021 402	(43) 25/11/2016 344A
(73) SEB S.A. (FR)	
Les 4 M - Chemin du Petit Bois, F-69130 Ecully, France	
(72) GANTILLON Barbara (FR); PERILLON Jean-Luc (FR).	
(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)	

(54) CHẾ PHẨM NỀN NƯỚC TẠO LỚP LÓT DÙNG CHO LỚP PHỦ CHỐNG DÍNH VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm nền nước chứa polyimit hoặc polyamit-imit hoặc polyamit-axit amic, cũng như bazơ Lewis, dung môi không proton phân cực, và nước với lượng ít nhất là 15% tổng khối lượng của chế phẩm này, khác biệt ở chỗ, bazơ Lewis là aminosilan hoặc silazan.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Nói chung, sáng chế, đề cập đến chế phẩm nền nước (hoặc chế phẩm trung gian) tạo lớp lót dùng cho lớp phủ chống dính trên cơ sở nhựa flocacbon. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp điều chế chế phẩm này, để tạo lớp lót dùng cho lớp phủ chống dính chứa chế phẩm này, phương pháp điều chế chế phẩm tạo lớp lót, cũng như phương pháp sản xuất vật phẩm có nền kim loại được phủ bằng chế phẩm tạo lớp lót này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Lớp phủ chống dính trên cơ sở polytetrafloetylen (PTFE) được sử dụng rộng rãi trong lĩnh vực dụng cụ nhà bếp. Nó được tạo ra từ ít nhất một lớp chứa nhựa được peflo hóa và nhựa liên kết. Sau đó, lớp lót này được phủ bằng một hoặc nhiều lớp PTFE, trong đó lượng PTFE được tăng dần.

Nhựa liên kết cho phép lớp lót này và các lớp flo hóa khác dính vào lớp nền thường là nhựa polyamit-imit (PAI), polyphenylen sulfua (PPS), polyeteulfon (PES), và polyete ete keton (PEEK).

Trong trường hợp cụ thể, việc thu được lớp lót màu sáng là điều mong muốn, tốt hơn là sử dụng nhựa PES, PPS hoặc PEEK.

Tuy nhiên, không dễ sử dụng các nhựa này vì chúng không dễ dàng hoà tan ngoại trừ trong dung môi không proton phân cực, hầu hết các nhựa này được liệt vào danh mục các sản phẩm gây nguy hiểm, thậm chí là gây độc theo quy định REACH (Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals). Trong thực tế, các nhựa này có thể được sử dụng dạng bột. Tuy nhiên, việc thu được bột có cỡ hạt nhỏ là khó khăn và tốn kém, vì khó có thể nghiền các polyme này đến cỡ hạt nhỏ hơn $d_{50} = 10 \mu\text{m}$. Kết quả là, sự phân bố của các nhựa này trong lớp lót là không đồng nhất và dẫn đến việc làm mất đi sự bám dính trong khi sử dụng.

Về mặt này, nhựa PAI được cung cấp dưới dạng dung dịch hoặc bột dễ pha loãng trong nước để sử dụng hơn. Tuy nhiên, chúng chứa lượng lớn dung môi. Do đó, nhu cầu sử dụng các dung môi không proton phân cực (N-etylpyrrolidon (NEP), N-metylpyrrolidon (NMP), và dimetyl etylen ure (DMEU)) mà tác động đến môi trường và sức khoẻ là đáng kể.

Nếu nhựa PAI được cung cấp dưới dạng bột dễ pha loãng trong nước, thì không cần phải sử dụng dung môi nữa, nhưng nó lại có độ bền nhiệt kém hơn. Thực vậy, ở bước thiêu kết PTFE (được tiến hành ở nhiệt độ cao hơn 370°C và tốt hơn là ở nhiệt độ 415°C), một phần nhỏ nhựa PAI phân hủy, mà là một nhược điểm ngay cả khi hiện tượng này không ảnh

hưởng nhiều đến phần lớn các đặc tính của lớp phủ thu được. Hơn thế nữa, việc sử dụng amin không bền cho phép sử dụng nhựa PAI trong pha lỏng tạo ra lượng đáng kể các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi khi làm việc trong môi trường nước, mà gây ra sự hóa vàng không chấp nhận được đối với lớp phủ thu được.

Mặt khác, việc tạo ra silic oxit ghép với axit polyamic là đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này (Peng Liu, Iranian polymer Journal 14, (11) 2005, 968-972). Mặc dù silic oxit ghép này đã được cải thiện về đặc tính phụ thuộc vào nhiệt độ, nhưng một mặt hợp chất ban đầu này là silic oxit đã tồn tại, và mặt khác tất cả các bước cải biến silic oxit đều được tiến hành trong môi trường dung môi. Việc sử dụng silic oxit này vẫn diễn ra trong môi trường dung môi (xem phần kết luận), nên không giải quyết được vấn đề về ràng buộc về môi trường.

Cả EP 0386379 lẫn FR 2625450 của Corning Glass Works đều mô tả hỗn hợp chứa PAI và aminosilan theo phương pháp tương tự. Theo phương pháp được mô tả, aminosilan được trộn với tiền chất PAI đã có trong dung dịch nước; nói cách khác, tiền chất PAI đã chứa amin để tạo muối cũng như dung môi (vì việc chọn PAI đã được mô tả trong các ví dụ), dung môi này là cần thiết để điều chế hỗn hợp dạng lỏng.

Do đó, các patent này chẳng những không tránh khỏi sự có mặt của amin dễ bay hơi có thể gây ra sự hóa vàng lẫn không tránh khỏi sự có mặt của dung môi không proton phân cực có khả năng gây độc.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để khắc phục các nhược điểm này, các tác giả sáng chế đã tạo ra chế phẩm nền nước trên cơ sở polyimit hoặc polyamit-imit hoặc polyamit-axit amic, và chứa aminosilan hoặc silazan.

Việc sử dụng aminosilan hoặc silazan cho phép có thể thu được chất điện ly cao phân tử polyamit-axit amic trong nhũ tương nước mà không cần sử dụng các hợp chất ái nhân mạnh như amin, mà sẽ oxy hóa và sẽ dẫn đến việc làm cho lớp phủ bị hóa vàng mạnh. Ngoài việc làm giảm mức độ hóa vàng, các tính chất khác của lớp phủ thu được cũng được cải thiện đáng kể.

Điều này còn cho phép có thể tạo ra một hỗn hợp bằng cách “hóa rắn trên” nhựa PAI bằng silanol. Sở dĩ có thể như vậy là vì aminosilan, được phân bố trước trên mạch PAI. Hơn thế nữa, điều này còn cho phép có thể cải thiện được độ bền chống mài mòn của lớp phủ thu được bằng cách tạo ra miền nano silic oxit theo công thức, thu được bằng cách ngưng tụ các silanol với nhau. Điều này cũng cho phép có thể thu được màng polyme được độn bằng chất độn nano (nanofilled) có độ bền nhiệt rõ ràng. Độ bền nhiệt có thể được xác định, ví dụ, bằng cách quan sát mức độ thay đổi của nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh ở ít nhất là 20°C

và mức độ thay đổi của đường cong phân hủy nhiệt trong môi trường khí nitơ ở 40°C ở mức ít nhất giữa sản phẩm trung gian theo tiêu chuẩn và sản phẩm trung gian theo sáng chế.

Màng PAI được độn bằng chất độn nano này có sự kết dính tốt với nền kim loại, mức độ kết dính này còn được cải thiện đáng kể nhờ phần silanol liên kết với nền kim loại.

Polyme như PAI, và thậm chí trong trường hợp polyamit-axit amic, chứa nhiều nhóm cuối mạch dễ phản ứng, cụ thể là các nhóm carboxylic và amit, mà sẽ có thể phản ứng với nhóm dễ phản ứng chứa nitơ của aminosilan hoặc của silazan. PAI được hòa tan trong dung môi không proton phân cực (NEP, NMP, DMEU, dimetyl sulfoxit (DMSO), v.v.) hoặc dưới dạng bột ướt trong nước được nhũ hóa trong nước bằng cách cho phản ứng với aminosilan hoặc silazan. Trong quy trình này, các nhóm aminosilan hoặc silazan tự ghép chúng vào mạch PAI lần lượt thông qua các nhóm cuối mạch NH_2 và NH của chúng. Một phần aminosilan cũng có thể tự ghép chúng trực tiếp vào polyamit-axit amic bằng các nhóm alkoxy (metoxy hoặc etoxy hoặc silanol) của chúng. Khi dung dịch nước được tạo ra và tạo ra độ axit cục bộ của môi trường do sự có mặt của các nhóm carboxylic vẫn ở trạng thái tự do, quan sát được sự thủy phân các nhóm alkoxysilan thành silanol, do vậy tăng cường thêm khả năng tương thích với nước. Nếu cần, chế phẩm này được hoàn tất bởi hỗn hợp alkoxysilan. Trong khi làm khô chế phẩm này và sau khi làm bay hơi nước và rượu, việc tạo liên kết ngang toàn bộ thu được bằng phản ứng ngưng tụ kiểu sol-gel mà tạo ra mạng chất độn nano silic oxit trong chất nền hữu cơ PAI và bằng cách đóng mạch vòng các nhóm imit. Điều này cho phép có thể thu được cấu trúc lai hữu cơ-vô cơ với việc tạo ra mạng silic oxit có cỡ hạt nano phân tán hoàn hảo trong chất nền PAI.

Mô tả chi tiết sáng chế

Do đó, cụ thể hơn, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm nền nước (hoặc chế phẩm trung gian) bao gồm polyimit hoặc polyamit-imit hoặc polyamit-axit amic cũng như bazơ Lewis, dung môi không proton phân cực, và nước với lượng ít nhất là 15% so với tổng khối lượng của chế phẩm nêu trên, khác biệt ở chỗ, bazơ Lewis này là aminosilan hoặc silazan.

Có lợi, nếu aminosilan hoặc silazan có mặt trong chế phẩm nêu trên với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% tổng khối lượng của chế phẩm nêu trên.

Có lợi, nếu aminosilan là 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES).

Có lợi, nếu silazan là hexametyldisilazan.

Có lợi, nếu dung môi không proton phân cực có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 70% tổng khối lượng của chế phẩm này.

Có lợi, nếu dung môi không proton phân cực là N-etylmorpholin, N-etylpyrrolidon, hoặc dimetyl sulfoxit.

Mục đích tiếp theo của sáng chế là đề xuất chế phẩm tạo lớp lót dùng cho lớp phủ chống dính bao gồm chế phẩm nền nước theo sáng chế như đã được xác định trên đây và thể phân tán chứa nhựa flocacbon.

Nhựa flocacbon có thể được chọn từ nhóm bao gồm polytetrafloetylen (PTFE), copolyme của tetrafloetylen và perflo(propyl vinyl ete) (PFA), copolyme của tetrafloetylen và hexafloropropylen (FEP), polyvinyliden florua (PVDF), MVA (copolyme TFE/PMVE), trime TFE/PMVE/FAVE, ETFE, và hỗn hợp của chúng.

Tốt hơn là, sử dụng polytetrafloetylen (PTFE) hoặc hỗn hợp (PTFE/PFA) của polytetrafloetylen (PTFE) và copolyme của tetrafloetylen và perflo(propyl vinyl ete) (PFA), hoặc hỗn hợp (PTFE/FEP) của polytetrafloetylen (PTFE) và copolyme của hexafloropropylen và tetrafloetylen (FEP).

Mục đích tiếp theo của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chế chế phẩm nền nước (hoặc chế phẩm trung gian) bao gồm các bước sau:

hòa tan polyimit hoặc polyamit-imit hoặc polyme polyamit-axit amic trong dung môi không proton phân cực để tạo ra hỗn hợp đồng nhất;

đưa bazơ Lewis vào hỗn hợp nêu trên để cố định bazơ này trên polyme nêu trên, và

bổ sung nước vào hỗn hợp được tạo ra.

Tuỳ ý, bazơ Lewis thứ hai không phải là silan và cũng không phải là silazan cũng có thể được bổ sung vào hỗn hợp thu được từ bước c).

Mục đích tiếp theo của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chế chế phẩm tạo lớp lót dùng cho lớp phủ chống dính bao gồm bước d) trộn chế phẩm nền nước (hoặc chế phẩm trung gian) như được xác định trên đây hoặc thu được bằng phương pháp điều chế chế phẩm nền nước như được xác định trên đây, với thể phân tán chứa nhựa flocacbon.

Tuỳ ý, chất độn và/hoặc chất màu có thể được bổ sung vào hỗn hợp gồm chế phẩm nền nước và thể phân tán chứa nhựa flocacbon.

Mục đích tiếp theo của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất vật phẩm, bao gồm các bước sau:

tạo ra nền kim loại có hai mặt đối diện;

đưa ít nhất một lớp chế phẩm tạo lớp lót dùng cho lớp phủ chống dính như được xác định trên đây hoặc thu được bằng phương pháp điều chế chế phẩm tạo lớp lót như được xác định trên đây lên một trong số các mặt của nền nêu trên,

đưa ít nhất một lớp chế phẩm cuối bao gồm ít nhất một nhựa đã được flo hóa lên lớp chế phẩm tạo lớp lót nêu trên, sau đó

hóa rắn toàn bộ sản phẩm thu được ở bước C ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 370°C đến 430°C.

Sau cùng, mục đích tiếp theo của sáng chế là đề xuất vật phẩm mà có thể thu được bằng phương pháp sản xuất vật phẩm theo sáng chế.

Ví dụ về vật phẩm như vậy là dụng cụ nhà bếp, có một trong số các mặt cấu thành bề mặt bên trong để tiếp xúc với thực phẩm được đưa vào bên trong vật phẩm này và mặt còn lại là bề mặt ngoài lõi để tiếp xúc với nguồn nhiệt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các thử nghiệm

Xác định phần chiết khô của chế phẩm nền nước trung gian hoặc tạo lớp lót

Nguyên lý

Phần chiết khô của sản phẩm là phần chất rắn còn lại sau khi làm bay hơi các chất dễ bay hơi mà nó chứa. Nhiệt độ làm khô và thời gian làm khô đóng vai trò quan trọng vì các dung môi này có nhiệt độ sôi cao, các phân đoạn monome, các chất pha loãng dễ phản ứng, và các sản phẩm phụ phản ứng (tùy thuộc vào thời gian lưu của chúng) rời khỏi màng rất chậm. Do đó, điều quan trọng là cần phải xác định các điều kiện làm khô được chuẩn hóa theo cách thông thường và gần nhất với thực hành thực tế.

Phương pháp

Phần chiết khô này được xác định như sau:

- cốc nhôm được cân: m_0 = khối lượng của cốc;
- từ 0,5g đến 3g sản phẩm được nghiên cứu được đặt trong cốc này;
- cốc đã được nạp đầy được cân: m_1 = khối lượng của cốc đã được nạp đầy;
- cốc được đặt trong lò được bố trí ở nhiệt độ 210°C trong thời gian hai giờ;
- sau khi làm khô và làm nguội, cốc được cân: m_2 = khối lượng của cốc đã được nạp đầy sau khi làm khô và làm nguội;
- phần chiết khô được xác định theo công thức (1) sau:

$$\text{Phần chiết khô} = 100 * [(m_2 - m_0) / (m_1 - m_0)]$$

Đánh giá độ ổn định của độ nhót của chế phẩm nền nước trung gian hoặc tạo lớp lót

Độ ổn định của độ nhót của chế phẩm nền nước trung gian (không có PTFE) hoặc chế phẩm nền nước lót (có PTFE và các chất độn) được phủ bằng cách phun được đánh giá bằng cách đo thời gian chảy theo tiêu chuẩn DIN EN ISO 2433/ASTM D5125 bằng cốc đo độ nhót loại 2.5 hoặc cốc đo độ nhót loại 4.

Độ nhót tương ứng với thời gian chảy liên tục, được tính theo giây, của thể tích của cốc qua lỗ định cỡ. Việc chọn cốc được tiến hành trên cơ sở độ nhót giả định của sản phẩm.

Mức độ tiến triển độ nhót được kiểm tra bằng cách đo thời gian chảy liên tục của thể tích đã được chuẩn hóa ở nhiệt độ môi trường ngay sau khi điều chế chế phẩm, và bằng cách theo dõi mức độ tiến triển của độ nhót này theo thời gian ở nhiệt độ môi trường.

Khi được bào chế, chế phẩm được đặt trong lò ở nhiệt độ 40°C; mức độ tiến triển của thời gian chảy, và do vậy của độ nhót (đánh giá độ ổn định của nhũ tương sau khi hóa già ở nhiệt độ 40°C), sau đó được kiểm tra theo thời gian.

Phương pháp và kỹ thuật

Nhựa PAI được đưa vào thiết bị phản ứng. Nhựa này có thể dưới dạng bột ướt (axit polyamic hoặc polyamit-axit amic (PAA) với chỉ số hydroxyl nằm trong khoảng từ 40 đến 200 meq KOH/g) hoặc dưới dạng polyme PAI được hòa tan trong dung môi không proton phân cực.

Trong trường hợp nhựa PAI dưới dạng bột, thì tốt hơn là bột này được hòa tan trong dung môi không proton phân cực tốt hơn là không độc, thậm chí chưa được phân loại.

Phản ứng trung hoà của các nhóm axit ở cuối mạch của PAI hoặc của PAA với nhóm chức amin của aminosilan dẫn đến việc sử dụng nhựa PAI trong pha nước hoặc trong pha nước + dung môi. Trong các điều kiện này, mức độ ngưng tụ của các nhóm silanol với nhau được giảm. Alkoxysilan được ghép theo phương pháp hóa học vào nhựa PAI theo cách này.

Sau đó, trong pha sau đó, các nhóm alkoxysilan lần lượt được thủy phân thành các nhóm được hydroxyl hóa (silanol), ngưng tụ trong khi hóa rắn để tạo ra mạng silic oxit có cấu trúc nano trong nền polyme.

Nhựa được phân tán như vậy trong pha nước hoặc trong nước được trộn với đồng dung môi có thể được sử dụng như trong các chế phẩm tạo lớp lót được flo hóa.

Hỗn hợp này vẫn ổn định mà không phụ thuộc vào độ kiềm của thể phân tán PTFE, trong đó sự ngưng tụ của silanol, tạo ra pha vô cơ được phân tán rất tốt được liên kết ở mức độ ít nhiều với chất nền PAI, chỉ được quan sát trong khi hóa rắn.

Ví dụ 1: Chế phẩm trung gian so sánh SFc1

Điều chế chế phẩm nền nước trên cơ sở PAI (bột) và triethylamin

Chế phẩm nền nước trung gian SFc1 được điều chế bao gồm các hợp chất sau, với các lượng tương ứng được tính theo g:

- polyamit-axit amic (35% phần chiết khô):	103,0 g
- triethylamin:	21,4 g
- nước mềm:	485,0 g
Tổng:	609,4 g

Chế phẩm nền nước trung gian SFc1 được điều chế như sau:

hỗn hợp nước-triethylamin được đưa vào thiết bị phản ứng;

hỗn hợp thu được được khuấy và sau đó được làm nóng đến nhiệt độ 65°C +/- 5°C;

sau đó polyamit-axit amic dạng bột được đưa vào hỗn hợp trong khi khuấy;
hỗn hợp thu được được duy trì trong khi khuấy ở nhiệt độ 65°C trong thời gian ít nhất 5 giờ và tối đa 10 giờ.

Các tính chất của chế phẩm nền nước SFc1 thu được là như sau:

phần chiết khô theo lý thuyết: 6%

phần chiết khô đo được trong chế phẩm: 6,3%

sản phẩm mờ, màu mật ong, và nhớt.

độ nhớt (trong cốc 4 theo tiêu chuẩn DIN EN ISO 2433 / ASTM D5125): 50 giây
sau khi hóa già ở nhiệt độ 40°C, sản phẩm tạo ra gel sau chỉ 10 ngày cất giữ (không chảy, không thể đo được độ nhớt).

Ví dụ 2: Chế phẩm trung gian so sánh SFc2

Điều chế chế phẩm nền nước trên cơ sở PAI (bột), trietylamin, và silic oxit dạng keo

Chế phẩm nền nước trung gian SFc2 được điều chế bao gồm các hợp chất sau, với các lượng tương ứng được tính theo g:

- polyamit-axit amic (35% phần chiết khô):	103,0 g
- trietylamin:	21,4 g
- nước mềm:	485,0 g
- silic oxit dạng keo (30% phần chiết khô):	16,0 g
Tổng:	625,4 g

Lượng silic oxit được sử dụng trong chế phẩm này dẫn đến lượng cuối là 11,6% khối lượng silic oxit trong màng khô so với tổng khối lượng màng khô.

Chế phẩm nền nước trung gian SFc2 được điều chế như sau:

hỗn hợp nước-trietylamin được đưa vào thiết bị phản ứng;

hỗn hợp thu được được khuấy và sau đó được làm nóng đến nhiệt độ 65°C +/- 5°C;

sau đó polyamit-axit amic dạng bột được đưa vào hỗn hợp này trong khi khuấy;

hỗn hợp thu được được duy trì trong khi khuấy ở nhiệt độ 65°C trong thời gian ít nhất 5 giờ và tối đa 10 giờ;

hỗn hợp thu được được để nguội, sau đó thể phân tán dạng keo của silic oxit có kích thước nằm trong khoảng từ 40 đến 200 nm được đưa vào hỗn hợp này ở nhiệt độ môi trường.

Các tính chất của chế phẩm nền nước SFc2 thu được là như sau:

phần chiết khô theo lý thuyết: 6,6%

phần chiết khô đo được trong chế phẩm: 6,9%

Sản phẩm mờ, màu mật ong, và nhớt.

độ nhớt (trong cốc 4 theo tiêu chuẩn theo DIN EN ISO 2433 / ASTM D5125): 80 giây

sau khi hóa già ở nhiệt độ 40°C, sản phẩm này tạo ra gel sau chỉ 10 ngày cất giữ (không chảy, không thể đo được độ nhớt).

Ví dụ 3: Chế phẩm trung gian SF1 theo sáng chế

Điều chế chế phẩm nền nước trên cơ sở polyamit-axit amic(PAA) và aminosilan (có đồng dung môi)

PAA được sử dụng có các nhóm cuối mạch khoảng 200 meq KOH/g. Nhựa PAA được Solvay bán trên thị trường dưới tên nhãn hiệu TORLON Al 30LM được sử dụng.

Aminosilan được sử dụng là 3-aminopropyltriethoxysilan trong dung dịch nước, và cụ thể sản phẩm được DEGUSSA bán dưới tên nhãn hiệu Dynasylan AMEO.

Đồng dung môi được sử dụng là N-ethylmorpholin hoặc 4-axetylmorpholin (CAS RN: 1696-20-4).

Chế phẩm nền nước trung gian SF1 được điều chế, bao gồm các hợp chất sau, với các lượng tương ứng được tính theo g:

- polyamit-axit amic(35,5% phần chiết khô):	18,1 g
- N-ethylmorpholin:	61,1 g
- 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) (100%):	1,1 g
- nước mềm:	19,7 g
- triethylamin:	0,9 g
Tổng:	100,9 g

Lượng silic được cung cấp bởi APTES trong chế phẩm này dẫn đến lượng cuối khoảng 2% khối lượng silic trong màng khô so với tổng khối lượng màng khô.

Chế phẩm nền nước trung gian SF1 được điều chế như sau:

polyamit-axit amic dạng bột được hòa tan trong dung môi không ghi nhãn được đưa vào thiết bị phản ứng;

sau đó 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) được đưa vào hỗn hợp này, trong khi khuấy chậm;

hỗn hợp này được khuấy cơ học trong thời gian ít nhất 2 giờ với chân vịt tàu thủy được lắp trên thiết bị trộn Rayneri;

thu được dung dịch trong và đồng nhất trong dung môi;
sau đó hệ thống khuấy được cải biến: lưới cắt được lắp trên thiết bị trộn Rayneri;
sau đó nước được bổ sung từng giọt vào bằng cách sử dụng phễu nhỏ giọt với tốc độ chảy khoảng 0,0015 g/phút;

sự thay đổi của pha dung môi thành pha nước được phân tán hoàn toàn được quan sát;

nhũ tương thu được: sản phẩm có màu trắng đục, ổn định ;

để cải thiện độ ổn định độ nhớt của nhũ tương sol-gel này, bazơ như triethylamin được bổ sung, khiến cho có thể có được độ ổn định ở nhiệt độ môi trường trong thời gian vài tuần.

Chế phẩm nền nước SF1 thu được có các tính chất sau:

phần chiết khô theo lý thuyết: 6,9%

phần chiết khô đo được trong chế phẩm: 7,2%

độ pH = 10,4

Sản phẩm này có màu trắng đục và ổn định.

độ nhớt (trong cốc 2.5 theo tiêu chuẩn theo DIN EN ISO 2433 / ASTM D5125):
42 giây

Ví dụ 4: Chế phẩm trung gian SF2 theo sáng chế

Điều chế chế phẩm nền nước trên cơ sở polyamit-axit amic (PAA) và aminosilan (có đồng dung môi)

PAA được sử dụng có các nhóm cuối mạch khoảng 200 meq KOH/g. Nhựa PAA được Solvay bán trên thị trường dưới tên nhãn hiệu TORLON Al 30LM được sử dụng.

Aminosilan được sử dụng là 3-aminopropyltriethoxysilan trong dung dịch nước, và cụ thể sản phẩm được DEGUSSA bán dưới tên nhãn hiệu Dynasylan AMEO.

Đồng dung môi được sử dụng là dimetyl sulfoxit (DMSO), là dung môi không ghi nhãn.

Chế phẩm nền nước trung gian SF2 được điều chế, bao gồm các hợp chất sau, với các lượng tương ứng được tính theo g:

- polyamit-axit amic(35,5% phần chiết khô):	18,1 g
- DMSO:	61,1 g
- 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) (100%):	1,1 g
- nước mềm:	19,7 g
- triethylamin:	0,9 g
Tổng:	100,9 g

Lượng silic được cung cấp bởi APTES trong chế phẩm này dẫn đến lượng cuối khoảng 2% khối lượng silic trong màng khô so với tổng khối lượng màng khô.

Chế phẩm nền nước trung gian SF2 được điều chế như sau:

polyamit-axit amic dạng bột được hòa tan trong dung môi không ghi nhãn được đưa vào thiết bị phản ứng;

sau đó 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) được đưa vào hỗn hợp này, trong khi khuấy chậm;

hỗn hợp này được khuấy cơ học trong thời gian ít nhất 2 giờ với chân vịt tàu thủy được lắp trên thiết bị trộn Rayneri;

thu được dung dịch trong và đồng nhất trong dung môi ;

sau đó hệ thống khuấy được cải biến: lưỡi cắt được lắp trên thiết bị trộn Rayneri;

sau đó nước được bổ sung từng giọt vào bằng cách sử dụng phễu nhỏ giọt với tốc độ chảy khoảng 0,0015 g/phút;

sự thay đổi pha dung môi thành pha nước được phân tán hoàn toàn được quan sát;

nhũ tương thu được: sản phẩm có màu trắng đục, ổn định;

để cải thiện độ ổn định độ nhớt của nhũ tương sol-gel này, bazơ như triethylamin được bổ sung, cho phép có thể thu được sự ổn định ở điều kiện môi trường trong thời gian vài tuần.

Chế phẩm nền nước SF2 thu được có các tính chất sau:

phần chiết khô theo lý thuyết: 6,9%

phần chiết khô đo được trong chế phẩm: 7,2%

pH = 10,4

Sản phẩm có màu trắng đục và ổn định .

độ nhớt (trong cốc 2.5 theo tiêu chuẩn theo DIN EN ISO 2433 / ASTM D5125):
42 giây

Ví dụ 5: Chế phẩm trung gian SF3 theo sáng chế

Điều chế chế phẩm nền nước trên cơ sở polyamit-imit (PAI) (có đồng dung môi) và aminosilan

PAI được sử dụng là nhựa PAI được HUNTSMAN bán trên thị trường dưới tên nhãn hiệu RHODEFTAL 210ES, có phần chiết khô là 29% trong N-ethylpyrrolidon.

Aminosilan này được sử dụng là 3-aminopropyltriethoxysilan trong dung dịch nước, và cụ thể sản phẩm được DEGUSSA bán dưới tên nhãn hiệu Dynasytan AMEO.

Chế phẩm nền nước trung gian SF3 được điều chế, bao gồm các hợp chất sau, với các lượng tương ứng được tính theo g:

- polyamit-imit (29% phần chiết khô):	24,0 g
- N-etylpyrrolidon:	53,5 g
- 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) (100%):	1,2 g
- nước mềm:	21,3 g
- triethylamin:	0,9 g
Tổng:	100,9 g

Lượng silic được cung cấp bởi APTES trong chế phẩm này dẫn đến lượng cuối khoảng 2% khối lượng silic trong màng khô so với tổng khối lượng màng khô.

Chế phẩm nền nước trung gian SF3 được điều chế như sau:

polyamit-imit được pha loãng trong N-etylpyrrolidon được đưa vào thiết bị phản ứng;

sau đó 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) được đưa vào hỗn hợp này, trong khi khuấy chậm;

hỗn hợp này được khuấy cơ học trong thời gian ít nhất 2 giờ với chân vịt tàu thủy được lắp trên thiết bị trộn Rayneri;

thu được dung dịch trong và đồng nhất trong dung môi ;

sau đó hệ thống khuấy được cải biến: lưới cắt được lắp trên thiết bị trộn Rayneri;

sau đó nước được bổ sung từng giọt vào bằng cách sử dụng phễu nhỏ giọt với tốc độ chảy khoảng 0,0015 g/phút;

sự thay đổi pha dung môi thành pha nước được phân tán hoàn toàn được quan sát;

nhũ tương thu được: sản phẩm có màu trắng đục, ổn định;

để cải thiện độ ổn định độ nhớt của nhũ tương sol-gel này, bazơ như triethylamin được bổ sung, cho phép có thể thu được độ ổn định ở điều kiện môi trường trong thời gian vài tuần.

Chế phẩm nền nước SF3 thu được có các tính chất sau:

phần chiết khô theo lý thuyết: 7,42%

phần chiết khô đo được trong chế phẩm: 7,6%

độ pH = 10,4

Sản phẩm có màu trắng đục và ổn định .

độ nhớt (trong cốc 2.5 theo tiêu chuẩn DIN EN ISO 24331 ASTM D5125): 45 giây

Ví dụ 6: Chế phẩm trung gian SF4 theo sáng chế

Điều chế chế phẩm nền nước trên cơ sở polyamit-axit amic(PAA) và silazan (có đồng dung môi)

PAA được sử dụng có các nhóm cuối mạch khoảng 200 meq KOH/g. Nhựa PAA được Solvay bán trên thị trường dưới tên nhãn hiệu TORLON A1 30LM được sử dụng.

Silazan được sử dụng là hexametyldisilazan, với khối lượng mol bằng 161,39 g/mol.

Đồng dung môi được sử dụng là N-etylmorpholin (hoặc 4-axetylmorpholin) (CAS RN:1696-20-4).

Chế phẩm nền nước trung gian SF4 được điều chế, bao gồm các hợp chất sau, với các lượng tương ứng được tính theo g:

- polyamit-axit amic (35,5% phần chiết khô):	18,1 g
- N-etylmorpholin:	61,1 g
- hexametyldisilazan (100%):	1,1 g
- nước mềm:	19,7 g
- trietylamin:	0,9 g
Tổng:	100,9 g

Lượng silic được cung cấp bởi APTES trong chế phẩm này dẫn đến lượng cuối khoảng 3% khối lượng silic trong màng khô so với tổng khối lượng màng khô.

Chế phẩm nền nước trung gian SF4 được điều chế như sau:

polyamit-axit amic dạng bột được hòa tan trong dung môi không ghi nhãn được đưa vào thiết bị phản ứng;

sau đó hexametyldisilazan được đưa vào hỗn hợp này, trong khi khuấy chậm;

hỗn hợp này được khuấy cơ học trong thời gian ít nhất 2 giờ với chân vịt tàu thủy được lắp trên thiết bị trộn Rayneri;

thu được dung dịch trong và đồng nhất trong dung môi ;

sau đó hệ thống khuấy được cải biến: lưới cắt được lắp trên thiết bị trộn Rayneri;

sau đó nước được bổ sung từng giọt vào bằng cách sử dụng phễu nhỏ giọt với tốc độ chảy khoảng 0,0015 g/phút;

sự thay đổi pha dung môi thành pha nước được phân tán hoàn toàn được quan sát;

nhũ tương thu được: sản phẩm có màu trắng đục, ổn định;

để cải thiện độ ổn định độ nhớt của nhũ tương sol-gel này, bazơ như triethylamin được bổ sung, cho phép có thể thu được độ ổn định ở điều kiện môi trường trong thời gian vài tuần.

Chế phẩm nền nước SF4 thu được có các tính chất sau:

phần chiết khô theo lý thuyết: 6,9%

phần chiết khô đo được trong chế phẩm: 7,2%

pH = 10,4

sản phẩm có màu trắng đục và ổn định .

độ nhớt (trong cốc 2.5 theo tiêu chuẩn theo DIN EN ISO 2433 / ASTM D5125):
39 giây

Ví dụ 7: Lớp lót so sánh Pc1

Điều chế lớp lót Pc1 được flo hóa từ chế phẩm trung gian SFc1

Chế phẩm tạo lớp lót nền nước được flo hóa được điều chế từ chế phẩm trung gian SFc1 và bao gồm các hợp chất sau, với các lượng tương ứng được tính theo g:

- thể phân tán dạng keo chứa PTFE (60% phần chiết khô):	289,3 g
- muối than (25% phần chiết khô trong nước):	40,8 g
- silic oxit dạng keo (30% phần chiết khô trong nước):	164,6 g
- SFc1 trung gian (6% phần chiết khô trong nước):	237,0 g
- hệ chất hoạt động bề mặt (12% phần chiết khô trong nước):	51,3 g
- nước mềm:	421,8 g
- 3-aminopropyltriethoxysilan (APTES) (100%):	9,4 g
- triethylamin:	2,0 g
Tổng:	1216,2 g

Lượng silic được cung cấp bởi APTES trong chế phẩm này dẫn đến lượng cuối khoảng 0,5% khối lượng silic trong màng khô so với tổng khối lượng màng khô.

Chế phẩm tạo lớp lót Pc1 thu được có các tính chất sau:

phần chiết khô theo lý thuyết: 21,7%

phần chiết khô đo được trong chế phẩm: 22,4%

pH = 8,5

độ nhớt (trong cốc 2.5 theo tiêu chuẩn theo DIN EN ISO 2433 / ASTM D5125): 65
giây

Sản phẩm có màu trắng đục nhưng rất không ổn định và lắng hoàn toàn.

Việc bổ sung thêm APTES vào lớp lót được flo hóa dẫn đến sự ngưng tụ nhanh của các nhóm silanol, với sự tạo ra gel không thuận nghịch. Lớp lót này không thể được phủ lên nền mang.

Ví dụ 8: Lớp lót P1 theo sáng chế

Điều chế lớp lót P1 được flo hóa từ chế phẩm trung gian SF1

Chế phẩm tạo lớp lót nền nước được flo hóa được điều chế từ chế phẩm trung gian SF1 và bao gồm các hợp chất sau, với các lượng tương ứng được tính theo g:

- thể phân tán dạng keo chứa PTFE (60% phần chiết khô):	298,3 g
- muội than (25% phần chiết khô trong nước):	42,1 g
- silic oxit dạng keo (30% phần chiết khô trong nước):	169,7 g
- SF1 trung gian (6,9% phần chiết khô trong nước + NEM):	213,2 g
- hệ chất hoạt động bề mặt (12% phần chiết khô trong nước):	53,0 g
- nước mềm:	223,7 g
Tổng:	1000,0 g

Hỗn hợp nước thu được có các tính chất sau:

phần chiết khô theo lý thuyết: 26,2%

phần chiết khô đo được trong chế phẩm: 25,9%

pH = 8,5

độ nhớt (trong cốc 2.5 theo tiêu chuẩn theo DIN EN ISO 2433 / ASTM D5125): 50 giây

Sản phẩm thu được có màu trắng đục và rất ổn định, không có sự thay đổi ở độ nhớt môi trường lớn hơn 5% sau 2 tháng cất giữ.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm nền nước chứa:
 - polyimit hoặc polyamit-imit hoặc polyamit-axit amic,
 - bazơ Lewis,
 - dung môi không proton phân cực, và
 - nước với lượng ít nhất là 15% so với tổng khối lượng của chế phẩm nêu trên,
 khác biệt ở chỗ, bazơ Lewis là aminosilan hoặc silazan.
2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó aminosilan hoặc silazan có mặt trong chế phẩm nêu trên với nồng độ nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% tổng khối lượng của chế phẩm này.
3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó aminosilan là 3-aminopropyltriethoxysilan.
4. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó silazan là hexametyldisilazan.
5. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó dung môi không proton phân cực có mặt với nồng độ nằm trong khoảng từ 1 đến 70% tổng khối lượng của chế phẩm này.
6. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó dung môi không proton phân cực là N-ethylmorpholin.
7. Chế phẩm tạo lớp lót dùng cho lớp phủ chống dính, bao gồm chế phẩm nền nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 và thể phân tán chứa nhựa flocacbon.
8. Chế phẩm theo điểm 7, trong đó nhựa flocacbon được chọn từ nhóm bao gồm polytetrafloetylen, copolyme của tetrafloetylen và perflo(propyl vinyl ete), copolyme của tetrafloetylen và hexaflopropen, polyvinyliden florua, copolyme của TFE/PMVE, trime TFE/PMVE/FAVE, ETFE, và hỗn hợp của chúng.
9. Chế phẩm theo điểm 8, trong đó nhựa flocacbon là polytetrafloetylen, hoặc hỗn hợp của polytetrafloetylen và copolyme của tetrafloetylen và perflo(propyl vinyl ete), hoặc hỗn hợp của polytetrafloetylen và copolyme của tetrafloetylen và hexaflopropen.
10. Phương pháp điều chế chế phẩm tạo lớp lót dùng cho lớp phủ chống dính bao gồm các bước sau:
 - a) hòa tan polyimit hoặc polyamit-imit hoặc polyime polyamit-axit amic trong dung môi không proton phân cực để tạo ra hỗn hợp đồng nhất;

- b) đưa bazơ Lewis vào hỗn hợp nêu trên để cố định bazơ này vào polyme nêu trên;
 - c) bổ sung nước vào hỗn hợp được tạo ra, và
 - d) bổ sung thể phân tán chứa flocacbon vào hỗn hợp thu được từ bước c),
- trong đó bazơ Lewis là aminosilan hoặc silazan.

11. Phương pháp sản xuất vật phẩm bao gồm các bước sau:

- A. tạo ra nền kim loại có hai mặt đối diện;
- B. đưa ít nhất một lớp chế phẩm tạo lớp lót theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 9 hoặc thu được từ phương pháp theo điểm 10 lên một trong số các mặt của nền này;
- C. đưa ít nhất một lớp chế phẩm cuối bao gồm ít nhất một nhựa flocacbon lên lớp chế phẩm tạo lớp lót nêu trên; sau đó
- D. hóa rắn toàn bộ sản phẩm thu được ở bước C ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 370°C đến 430°C.

12. Vật phẩm có thể thu được bằng phương pháp theo điểm 11.

13. Vật phẩm theo điểm 12, trong đó vật phẩm này là dụng cụ nhà bếp, có một mặt cấu thành bề mặt bên trong để tiếp xúc với thực phẩm được đưa vào bên trong vật phẩm này và mặt còn lại là bề mặt ngoài lõi để tiếp xúc với nguồn nhiệt.