



(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)



1-0030097

(51)⁷ C23C 22/78; C23C 22/03

(13) B

(21) 1-2016-00820

(22) 05/09/2014

(86) PCT/US2014/054225 05/09/2014

(87) WO 2015/035124 A1 12/03/2015

(30) 14/018,483 05/09/2013 US

(45) 25/11/2021 404

(43) 27/06/2016 339A

(73) PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (US)

3800 West 143rd Street, Cleveland, Ohio 44111, United States of America

(72) MCMILLEN, Mark W. (US); SILVERNAIL, Nathan J. (US); VOTRUBA-DRZAL, Peter L. (US).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) DUNG DỊCH RỬA HOẠT HÓA VÀ PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ NỀN

(57) Sáng chế đề cập đến dung dịch rửa hoạt hóa để xử lý nền. Dung dịch rửa hoạt hóa bao gồm thành phần thứ nhất gồm chất làm phân tán của các hạt phosphat kim loại hóa trị hai hoặc hóa trị ba có cỡ hạt trung bình không lớn hơn 10 μ m, và thành phần thứ hai gồm copolyme thứ nhất và copolyme thứ hai. Copolyme thứ nhất được tạo thành bởi sự polyme hóa của etylen oxit, propylen oxit, hoặc các kết hợp của chúng, trong đó một đầu của copolyme thứ nhất được kết thúc bởi nhóm amin, nhóm hydroxyl, hoặc nhóm alkyl. Copolyme thứ hai được tạo thành bởi sự polyme hóa của styren và monome thứ hai chứa ít nhất một nhóm carboxylat, nhóm anhydrit, hoặc các kết hợp của chúng. Monome thứ hai có mặt với lượng nhỏ hơn 50 phần trăm theo trọng lượng của tổng trọng lượng thành phần thứ hai. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp xử lý nền bằng dung dịch rửa hoạt hóa và nền được xử lý bằng dung dịch rửa hoạt hóa.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến dung dịch rửa hoạt hóa để xử lý nền.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các lớp nền phosphat đã được biết đến để xử lý các nền kim loại, cụ thể là các kim loại có chứa sắt, kẽm và các hợp kim của chúng. Khi được phủ, các lớp phủ phosphat này tạo thành lớp phosphat, chủ yếu gồm các tinh thể kẽm và sắt phosphat, mà cung cấp khả năng chống ăn mòn và/hoặc tăng cường độ bám dính của các lớp phủ được phủ sau đó.

Trước khi phủ lớp phủ phosphat, nền kim loại thường “được xử lý” hoặc “được hoạt hóa” bằng cách đưa bề mặt của nền kim loại vào chất làm phân tán chứa nước được pha loãng, đôi khi được gọi là dung dịch rửa hoạt hóa hoặc chất hoạt hóa, bằng cách đưa hoặc ngâm nền kim loại vào bể mà chứa dung dịch là dung dịch rửa hoạt hóa. “Sự hoạt hóa” của bề mặt của nền kim loại đạt được do sự hấp phụ của các hạt titan-phosphat dạng keo, mà xuất hiện trong dung dịch rửa hoạt hóa, vào bề mặt của kim loại. Tuy nhiên, các hạt titan-phosphat dạng keo này, có xu hướng kết tụ trong dung dịch rửa hoạt hóa do các ion canxi (Ca^{2+}) và magiê (Mg^{2+}) được hòa tan (các ion trong nước cứng) mà thường xuất hiện trong dung dịch xử lý rửa.

Kẽm phosphat và các chất làm phân tán phosphat kim loại hóa trị hai khác cũng có thể được sử dụng để “hoạt hóa” bề mặt của nền kim loại, nhưng các chất làm phân tán thường không ổn định.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Dung dịch rửa hoạt hóa để xử lý nền được bộc lộ. Theo một phương án, dung dịch rửa hoạt hóa bao gồm:

(a) thành phần thứ nhất bao gồm chất làm phân tán các hạt phosphat của các kim loại hóa trị hai hoặc hóa trị ba hoặc kết hợp của chúng, các hạt phosphat kim loại nêu trên có cỡ hạt trung bình không lớn hơn $10\mu\text{m}$; và

(b) thành phần thứ hai bao gồm:

(i) copolyme thứ nhất được tạo thành bởi sự polyme hóa của etylen oxit, propylen oxit, hoặc các kết hợp của chúng, trong đó một đầu của copolyme thứ nhất được kết thúc bởi nhóm amin, nhóm hydroxyl, hoặc nhóm alkyl; và

(ii) copolyme thứ hai được tạo thành bởi sự polyme hóa của styren và monome thứ hai chứa ít nhất một nhóm carboxylat, nhóm anhydrit, hoặc kết hợp của chúng, trong đó monome thứ hai có mặt với lượng nhỏ hơn 50 phần trăm theo trọng lượng của tổng trọng lượng thành phần thứ hai.

Sáng chế cũng bộc lộ phương pháp xử lý nền. Theo một phương án, phương pháp bao gồm: (i) phủ dung dịch rửa hoạt hóa lên ít nhất một phần của nền, trong đó dung dịch rửa hoạt hóa bao gồm:

(a) thành phần thứ nhất bao gồm chất làm phân tán các hạt phosphat của các kim loại hóa trị hai hoặc hóa trị ba hoặc các kết hợp của chúng, các hạt phosphat kim loại nêu trên có cỡ hạt trung bình không lớn hơn 10 μ m; và

(b) thành phần thứ hai bao gồm:

(i) copolyme thứ nhất được tạo thành bởi sự polyme hóa của etylen oxit, propylen oxit, hoặc các kết hợp của chúng, trong đó một đầu của copolyme thứ nhất được kết thúc bởi nhóm amin, nhóm hydroxyl, hoặc nhóm alkyl; và

(ii) copolyme thứ hai được tạo thành bởi sự polyme hóa của styren và monome thứ hai chứa ít nhất một nhóm carboxylat, nhóm anhydrit, hoặc các kết hợp của chúng, trong đó monome thứ hai có mặt với lượng nhỏ hơn 50 phần trăm theo trọng lượng của tổng trọng lượng thành phần thứ hai.

Theo một phương án, nền được xử lý bằng dung dịch rửa hoạt hóa cũng được bộc lộ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Như được sử dụng trong bản mô tả này, trừ trường hợp được quy định rõ ràng, tất cả các số như những cái biểu diễn các trị số, các khoảng, các lượng hoặc tỷ lệ phần trăm có thể được đọc như nếu được mở đầu bằng từ “khoảng”, ngay cả nếu thuật ngữ không xuất hiện rõ ràng. Cũng phải hiểu rằng, thuật ngữ số nhiều có thể bao hàm thuật ngữ số ít của nó và ngược lại.

Khi đề cập đến khoảng số bất kỳ của các trị số, các khoảng này được hiểu là bao gồm mỗi và mọi số và/hoặc đoạn giữa khoảng đã định tối thiểu và tối đa.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, cụm từ “dung dịch rửa hoạt hóa” sẽ dùng để chỉ dung dịch chứa nước và/hoặc huyền phù dạng keo hoặc chất làm phân tán mà được phủ lên trên ít nhất một phần của nền và/hoặc ít nhất một phần của nền được ngâm vào đó để thúc đẩy sự tạo thành của lớp phủ kẽm phosphat trên ít nhất một phần của nền mà được xử lý bằng dung dịch rửa hoạt hóa. Do đó, phải được hiểu rằng nền được xử lý bằng dung dịch rửa hoạt hóa trước khi phosphat hóa ít nhất một phần của nền được xử lý bằng dung dịch kẽm phosphat.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “xe” hoặc các biến thể của chúng bao gồm, nhưng không bị giới hạn, với các xe đồ bộ dân dụng, thương mại và quân sự như các xe ô tô và xe tải.

Sáng chế đề xuất dung dịch rửa hoạt hóa mà được sử dụng để “hoạt hóa” hoặc “xử lý” ít nhất một phần của nền trước khi phosphat hóa ít nhất một phần của nền bằng dung dịch kẽm phosphat. Nói cách khác, dung dịch rửa hoạt hóa thúc đẩy sự tạo thành của các tinh thể kẽm và kẽm/sắt phosphat trên nền khi ít nhất một phần của nền, mà được đưa vào dung dịch rửa hoạt hóa, được phosphat hóa bằng dung dịch kẽm phosphat. Các ví dụ không giới hạn về nền thích hợp mà có thể được xử lý bằng dung dịch rửa hoạt hóa bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, kim loại và/hoặc hợp kim kim loại. Ví dụ, kim loại và/hoặc hợp kim kim loại có thể là nhôm, thép, hoặc kẽm. Theo một phương án, nền thép có thể bao gồm thép cán nguội, thép mạ điện, và thép mạ kẽm nhúng nóng. Theo một phương án, nền có thể bao gồm một phần của xe như thân xe (ví dụ, không giới hạn, cửa, thân bảng điều khiển, nắp khoang, mui xe, capô, và/hoặc mái) và/hoặc khung xe.

Theo một phương án, dung dịch rửa hoạt hóa để xử lý nền được bộc lộ. Theo phương án này, dung dịch rửa hoạt hóa bao gồm (a) thành phần thứ nhất bao gồm chất làm phân tán các hạt phosphat của các kim loại hóa trị hai hoặc hóa trị ba hoặc các kết hợp của chúng, các hạt phosphat kim loại nêu trên có cỡ hạt trung bình không lớn hơn 10 μ m; và (b) thành phần thứ hai bao gồm: (i) copolyme thứ nhất được tạo thành bởi sự polyme hóa của etylen oxit, propylen oxit, hoặc các kết hợp của chúng, trong đó một đầu của copolyme thứ nhất được kết thúc bởi nhóm amin, nhóm hydroxyl, hoặc nhóm alkyl; và (ii) copolyme thứ hai được tạo thành bởi sự polyme hóa của styren và

monome thứ hai chứa ít nhất một nhóm carboxylat, nhóm anhydrit, hoặc các kết hợp của chúng, trong đó monome thứ hai có mặt với lượng nhỏ hơn 50 phần trăm theo trọng lượng của tổng trọng lượng thành phần thứ hai.

Theo một phương án, (a) thành phần thứ nhất bao gồm chất làm phân tán các hạt phosphat của các kim loại hóa trị hai hoặc hóa trị ba hoặc các kết hợp của chúng, các hạt phosphat kim loại có cỡ hạt trung bình không lớn hơn 10 μm , như nằm trong khoảng từ 0,06 μm đến 8 μm , như nằm trong khoảng từ 0,1 μm đến 5 μm .

Theo một phương án, cỡ hạt có thể được đo bằng cách sử dụng dụng cụ như Mastersizer 2000, của Malvern Instruments, Ltd., tại Malvern, Worcestershire, UK, hoặc dụng cụ tương đương. Mastersizer 2000 định hướng chùm tia laze thông qua chất làm phân tán các hạt, và đo sự tán xạ ánh sáng của chất làm phân tán. Lượng chất làm phân tán tỉ lệ nghịch với cỡ hạt. Một loạt bộ dò đo ánh sáng tán xạ và dữ liệu sau đó được phân tích bằng phần mềm máy tính để tái tạo sự phân bố cỡ hạt, mà cỡ hạt trung bình thông thường được xác định từ đó.

Theo một phương án, phosphat kim loại có thể xuất hiện trong dung dịch rửa hoạt hóa theo lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 5.000ppm tổng phosphat kim loại dựa trên tổng trọng lượng của dung dịch rửa hoạt hóa. Theo phương án khác, phosphat kim loại có thể xuất hiện trong hợp phần xử lý rửa theo lượng nằm trong khoảng từ 150 đến 1.500ppm của tổng phosphat kim loại dựa trên tổng trọng lượng của dung dịch rửa hoạt hóa.

Theo một phương án, các kim loại hóa trị hai hoặc hóa trị ba có thể là kẽm, sắt, canxi, mangan, nhôm, hoặc các kết hợp của chúng.

Các kẽm phosphat thích hợp hữu ích trong dung dịch xử lý rửa bao gồm, không giới hạn $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$, $\text{Zn}_2\text{Fe}(\text{PO}_4)_2$, $\text{Zn}_2\text{Ca}(\text{PO}_4)_2$, $\text{Zn}_2\text{Mn}(\text{PO}_4)_2$, hoặc các kết hợp của chúng.

Các sắt phosphat thích hợp hữu ích trong dung dịch xử lý rửa bao gồm, không giới hạn FePO_4 , $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2$, hoặc các kết hợp của chúng.

Các canxi phosphat thích hợp hữu ích trong dung dịch xử lý rửa bao gồm, không giới hạn CaHPO_4 , $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, hoặc các kết hợp của chúng.

Các mangan phosphat thích hợp hữu ích trong dung dịch xử lý rửa bao gồm, không giới hạn $\text{Mn}_3(\text{PO}_4)_2$, MnPO_4 , hoặc các kết hợp của chúng.

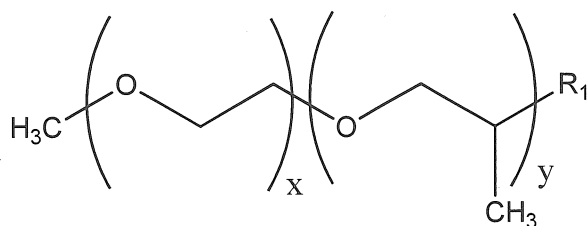
Các nhôm phosphat thích hợp hữu ích trong dung dịch xử lý rửa bao gồm, mà không giới hạn AlPO_4 .

Theo một phương án, (b) thành phần thứ hai bao gồm (i) copolyme thứ nhất và (ii) copolyme thứ hai. Theo một phương án, ít nhất là một số (i) copolyme thứ nhất và (ii) copolyme thứ hai có thể được polyme hóa. Theo một phương án, (i) copolyme thứ nhất có thể xuất hiện quá mức.

Theo một phương án, tỷ lệ theo trọng lượng của thành phần (a) với thành phần (b) có thể nằm trong khoảng từ 1:1 đến 20:1, như nằm trong khoảng từ 2:1 đến 10:1, như nằm trong khoảng từ 4:1 đến 5:1.

Như đã nêu trên, theo một phương án, (i) copolyme thứ nhất có thể được tạo thành bởi sự polyme hóa của etylen oxit, propylen oxit, hoặc các kết hợp của chúng, trong đó một đầu của copolyme thứ nhất có thể được kết thúc bởi nhóm amin, nhóm hydroxyl, hoặc nhóm alkyl, như, ví dụ, loạt Jeffamine M, của Huntsman Corporation. Theo một phương án, (i) copolyme thứ nhất có thể được tạo thành bởi sự polyme hóa của các monome có cấu trúc (I):

(I)



Theo các phương án, R_1 có thể là NH_2 hoặc OR_2 , R_2 có thể là hydro, nhóm methyl, hoặc nhóm etyl, và $x \geq 0$ và $y > 0$.

Theo một phương án, (i) copolyme thứ nhất có thể xuất hiện trong dung dịch rửa hoạt hóa theo lượng nằm trong khoảng từ 10ppm đến 10.000ppm dựa trên tổng trọng lượng của hợp chất thứ hai, như nằm trong khoảng từ 25 đến 1.000ppm, như nằm trong khoảng từ 50 đến 200ppm.

Như đã nêu trên, theo một phương án, (ii) copolyme thứ hai có thể được tạo thành bởi sự polyme hóa của styren và monome thứ hai chứa ít nhất một nhóm carboxylat, nhóm anhydrit, hoặc các kết hợp của chúng. Theo một phương án, monome có thể là monoaxit như axit (met)acrylic, diaxit như axit maleic hoặc axit itaconic, anhydrit của axit như acrylic anhydrit hoặc maleic anhydrit, hoặc các kết hợp

của chúng, như, ví dụ, các chất phân tán như Zetasperse 3100 của Air Products Chemicals Inc. hoặc Disperbyk-190 của BYK-Chemie GmbH.

Theo một phương án, (ii) copolyme thứ hai có thể có mặt với lượng nhỏ hơn 50 phần trăm theo trọng lượng của tổng trọng lượng thành phần thứ hai, như nhỏ hơn 25%, như nhỏ hơn 10. Theo một phương án, (ii) copolyme thứ hai có thể có mặt với lượng lớn hơn 0%, như lớn hơn 2%.

Theo một phương án, dung dịch rửa hoạt hóa có thể còn bao gồm silic oxit. Theo phương án này, silic oxit là silic oxit kết tủa. Theo một phương án, silic oxit có thể có thể nghiền được dưới máy cắt. Theo một phương án, silic oxit có thể bao gồm silic oxit 160 EZ. Theo một phương án, silic oxit có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 50ppm đến 5.000ppm dựa trên tổng trọng lượng của dung dịch rửa hoạt hóa, như nằm trong khoảng từ 100ppm đến 1.000ppm, như nằm trong khoảng từ 150 đến 500ppm.

Dung dịch rửa hoạt hóa có thể còn bao gồm các thành phần bổ sung tùy chọn như các chất hoạt động bề mặt không ion và các chất phụ trợ thông thường được sử dụng trong kỹ thuật xử lý sơ bộ. Trong môi trường chứa nước, các dung môi hữu cơ phân tán được trong nước, ví dụ, các ancol lên đến 8 nguyên tử cacbon như metanol, isopropanol, và các dung môi hữu cơ tương tự, có thể xuất hiện; hoặc các ete glycol như các ete monoalkyl của etylen glycol, dietylen glycol, hoặc propylen glycol, và các ete glycol tương tự. Khi xuất hiện, các dung môi hữu cơ phân tán được trong nước thông thường có thể được sử dụng theo các lượng lên đến khoảng mười phần trăm theo thể tích, dựa trên tổng thể tích của môi trường chứa nước.

Các thành phần tùy chọn khác bao gồm các chất hoạt động bề mặt mà có chức năng làm các chất khử bọt hoặc các chất làm ướt nền. Các chất hoạt động bề mặt anion, cation, lưỡng tính, và/hoặc không ion có thể được sử dụng. Các chất hoạt động bề mặt khử bọt thường xuất hiện ở các mức lên đến 1 phần trăm theo trọng lượng, như lên đến 0,1 phần trăm theo trọng lượng, và các chất làm ướt thông thường xuất hiện ở các mức lên đến 2 phần trăm, như lên đến 0,5 phần trăm theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của dung dịch xử lý rửa.

Theo các phương án nhất định, dung dịch rửa hoạt hóa có thể còn bao gồm chất gây biến tính lưu biến. Theo các phương án, chất gây biến tính lưu biến có thể bao gồm, ví dụ, các polyuretan, acrylic polyme, nhựa mủ, styren/butadien, polyvinylalcol,

đất sét như atapungit, bentonit, và monmorilonit, các vật liệu làm từ xenluloza như carboxymetyl xenluloza, metyl xenluloza, (hydroxypropyl)metyl xenluloza hoặc gelatin, các chất gồm như guar và xantan, các silic oxit như silic oxit dạng keo và được hun khói, hoặc các kết hợp của chúng.

Theo các phương án nhất định, dung dịch rửa hoạt hóa về cơ bản có thể hoặc, trong một số trường hợp, hoàn toàn, không có các hạt titan-phosphat. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “về cơ bản không có”, khi được sử dụng trong việc đề cập đến sự không xuất hiện của các hạt titan-phosphat trong dung dịch rửa hoạt hóa, có nghĩa là các hạt titan-phosphat bất kỳ xuất hiện trong dung dịch rửa hoạt hóa theo lượng vết nhỏ hơn 5ppm. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “hoàn toàn không có”, khi được sử dụng trong việc đề cập đến sự không xuất hiện của các hạt titan-phosphat, có nghĩa là tất cả không có các hạt titan-phosphat.

Theo một phương án, dung dịch rửa cô đặc hoạt hóa có thể được điều chế bằng cách nạp (a) thành phần thứ nhất và (b) thành phần thứ hai vào bình trộn và trộn các thành phần bằng cách sử dụng các phương pháp phân tán quen thuộc với các chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật chuyên ngành. Các phương pháp này có thể bao gồm việc nạp tốc độ cao và thiết bị trộn cắt cao, các máy nghiền bi đạn ngang hoặc dọc, các máy nghiền bi, hoặc các máy nghiền hình cầu.

Dung dịch rửa hoạt hóa có thể được điều chế bằng cách đưa dung dịch rửa cô đặc hoạt hóa vào môi trường chứa nước như nước. Theo một phương án, dung dịch rửa hoạt hóa có thể bao gồm chất tạo phức. Theo các phương án, chất tạo phức có thể bao gồm, ví dụ, các carboxylat như tartrat, xitrat hoặc gluconat, các phức chất dựa trên axetat như etylen diamin tetra axetat hoặc nitrilo triaxetat, các phosphat như natri tri-phosphat hoặc tetra kali pyro-phosphat, các phosphonat hoặc các axit phosphon, các poly-carboxylat như axit oxalic, các axit hoặc các muối bất kỳ nêu trên, hoặc các kết hợp của chúng.

Theo phương pháp của sáng chế, nền được xử lý bằng cách (a) phủ dung dịch rửa hoạt hóa nêu trên lên ít nhất một phần của nền, và (b) phosphat hóa ít nhất một phần nền bằng dung dịch kẽm phosphat chứa nước. Theo một phương án, dung dịch rửa hoạt hóa có thể được phủ lên nền bằng các kỹ thuật phun, phủ lăn hoặc ngâm. Dung dịch rửa hoạt hóa thường được phủ lên trên nền ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 50°C trong khoảng thời gian bất kỳ. Sau khi bề mặt của nền đã “được hoạt

hóa”, bề mặt của nền được đưa vào tiền xử lý phosphat như tiền xử lý phosphat kẽm. Theo các phương án, bước phosphat hóa có thể được thực hiện bằng cách sơn phun hoặc ngâm nền được hoạt hóa trong dung dịch phosphat có tính axit mà chứa kẽm và các kim loại hóa trị hai khác đã biết trong lĩnh vực chuyên ngành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 35°C đến 75°C trong khoảng thời gian từ 1 đến 3 phút. Sau khi phosphat hóa, nền có thể được rửa sau tùy chọn bằng dung dịch chứa crôm hoặc không chứa crôm, được rửa bằng nước và được làm khô tùy chọn. Sau đó, nền thường được phủ sơn, chẳng hạn như, bằng cách mạ điện hoặc bằng các kỹ thuật phun hoặc phủ lăn thông thường.

Sáng chế cũng hướng đến trạm hoạt hóa như các trạm được sử dụng trong trang thiết bị sản xuất ô tô. Theo một phương án, trạm hoạt hóa bao gồm bể ngâm mà chứa dung dịch rửa hoạt hóa mà được bộc lộ trong bản mô tả này. Theo một phương án, dung dịch rửa hoạt hóa được chứa trong bể ngâm ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 50°C. Một phần của nền được đưa vào dung dịch rửa hoạt hóa bằng cách ngâm nền trong dung dịch rửa hoạt hóa trong khoảng thời gian bất kỳ. Sau khi được ngâm trong dung dịch rửa hoạt hóa, một phần của nền “được hoạt hóa” sau đó có thể được đưa vào bước phosphat hóa bằng cách phủ dung dịch kẽm phosphat lên nền “được hoạt hóa”. Tuy nhiên, cần lưu ý rằng, trước khi phủ dung dịch phosphat lên nền “được hoạt hóa”, dung dịch rửa hoạt hóa bổ sung có thể được phun lên trên một phần của nền “được hoạt hóa” thông qua vòi phun khi nền “được hoạt hóa” được lấy ra khỏi bể ngâm. Ví dụ, vòi phun có thể là “quăng ra” mà được đặt ở phía ra từ bể ngâm. Sau khi nền “được hoạt hóa” ra khỏi bể ngâm và/hoặc sau khi dung dịch rửa hoạt hóa bổ sung được phủ lên trên nền “được hoạt hóa”, nền “được hoạt hóa” được phosphat hóa bằng cách phủ dung dịch kẽm phosphat lên nền “được hoạt hóa” bằng cách sử dụng các kỹ thuật đã biết trong lĩnh vực chuyên ngành như kỹ thuật phun và/hoặc kỹ thuật ngâm.

Theo phương án khác, trạm “hoạt hóa” bao gồm số lượng các vòi phun mà được sử dụng để phủ dung dịch rửa hoạt hóa lên trên ít nhất một phần của nền. Bể phun được bố trí ở dưới các vòi phun mà được điều chỉnh để thu gom dung dịch rửa hoạt hóa mà ra khỏi các vòi phun và/hoặc dung dịch rửa hoạt hóa thừa bất kỳ mà chảy nhỏ giọt ra khỏi bề mặt của nền “được hoạt hóa”. Bể phun được nối với các vòi phun theo kiểu cho phép các vòi phun sử dụng dung dịch rửa hoạt hóa mà được thu gom trong bể phun nhờ đó tái sử dụng dung dịch rửa hoạt hóa. Sau khi dung dịch rửa hoạt

hóa được phủ lên trên ít nhất một phần của nền, sau đó nền “được hoạt hóa” được phosphat hóa như được mô tả ở đoạn trên.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Chất hoạt hóa phosphat dựa trên kẽm phosphat (Chất làm phân tán A) được điều chế như sau:

Các nguyên liệu sau đây được nạp vào bình trộn theo thứ tự và được phân tán bằng cánh khuấy Cowles đến khi đồng nhất:

Nước khử ion	9.756, 4 gam (21,49 lbs)
Etylen glycol monobutyl ete	186,14 gam (0,41 lbs)
Chất dẫn nghiền anion chuyên dụng	2.342, 6 gam (5,16 lbs)
Diisopropanolamin, 85%	1.012,4 gam (2,23 lbs)
Surfynol DF-110D	158,9 gam (0,35 lbs)
Nubirox SP Kẽm Phosphat	18.727, 5 gam (41,25 lbs)

Chất làm phân tán được trộn trong khoảng thời gian một giờ nữa, sau đó được nghiền trong máy nghiền ngang Premier với bi đạn nghiền Zirconox 1,2-1,7mm trong tổng thời gian khoảng 217 phút (thời gian ổn định 8,5 phút). Chất làm phân tán thu được có hàm lượng kẽm phosphat theo lý thuyết là 58,2% theo trọng lượng.

Chất làm phân tán silic oxit (Chất làm phân tán B) được điều chế như sau:

Trộn 300g silic oxit kết tủa Hi-Sil 160, của PPG Industries vào 900g nước khử ion bằng cánh khuấy Cowles. Việc trộn được tiếp tục trong khoảng thời mười phút nữa, và sau đó hỗn hợp được nạp vào máy nghiền đứng có ba cánh quạt khuấy, cùng với 1,200g của bi đạn nghiền zircoa 1,6-2,5mm. Hỗn hợp được nghiền trong khoảng 45 phút. Chất làm phân tán thu được có hàm lượng silic oxit theo lý thuyết là 25% theo trọng lượng.

Chất hoạt hóa phosphat dựa trên kẽm phosphat và sử dụng chất phân tán bao gồm etylen oxit và các copolyme styren/acrylat (Chất làm phân tán C) được điều chế như sau:

Các nguyên liệu sau đây được nạp vào bình trộn theo thứ tự và được phân tán với cánh khuấy Cowles đến khi đồng nhất:

Nước khử ion	1.113,40 gam
Surfynol DF-110D	19,00 gam
Zetasperse 3100	638,40 gam

Nubirox SP Kẽm Phosphat 2.029,20 gam

Zetaspense 3100 là chất phân tán bao gồm etylen oxit và các copolyme styren/acrylat, của Air Products and Chemicals, Inc. Surfynol DF-110D là chất khử bọt chuyên dụng của Air Products and Chemicals, Inc.

Sau khi trộn đều, chất làm phân tán được nghiền trong máy nghiền ngang Eiger với bi đạn nghiền Zirconox 1,2 – 1,7mm trong tổng thời gian khoảng 190 phút (thời gian ổn định 12 phút). Chất làm phân tán thu được có nồng độ kẽm phosphat theo lý thuyết là 53,40% theo trọng lượng.

Dung dịch kẽm phosphat, Chemfos 700AL, được điều chế theo bảng dữ liệu kỹ thuật từ nhà cung cấp, PPG Industries (được kết hợp trong bản mô tả này bằng cách viện dẫn). Dung dịch kẽm phosphat được dùng để tạo ra các tấm thép đã được phosphat hóa bằng cách sử dụng trình tự quy trình sau đây (sau đây được gọi là “quy trình phosphat hóa kẽm tiêu chuẩn”):

Clean, Chemkleen 2010LP (1,25% thể tích/thể tích)/Chemkleen 181ALP (0,125%), phun hai phút ở nhiệt độ 48,88°C (120°F);

Dung dịch ngâm rửa DI, 15 giây, nhiệt độ môi trường xung quanh;

Dung dịch phun rửa DI, 15 giây, nhiệt độ môi trường xung quanh;

Chất hoạt hóa, ngâm 1 phút, nhiệt độ môi trường xung quanh;

Chemfos 700AL, ngâm 2 phút, 51,66°C (125°F)

Dung dịch phun rửa DI, 15 giây, nhiệt độ môi trường xung quanh;

Không khí nóng thổi ra đến khi khô

Ví dụ 1

Dung dịch rửa chứa chất hoạt hóa kẽm phosphat được điều chế bằng cách phân tán 2,6g chất làm phân tán A vào 3 lít nước khử ion. Dung dịch rửa thu được có nồng độ theo lý thuyết là 0,5 gam trên mỗi lít của kẽm phosphat được phân tán. Dung dịch này được sử dụng làm chất hoạt hóa trong quy trình phosphat hóa kẽm tiêu chuẩn chi tiết ở trên để tạo ra các lớp phủ phosphat trên các tấm 10,16cm x15,24 cm (4” × 6”) của thép cán nguội (CRS-Cold Rolled Steel) và thép mạ điện (EG-Electrogalvanized steel).

Ví dụ 2

Chất làm phân tán trong ví dụ 1 được pha loãng với nước khử ion đến 30% nồng độ ban đầu của nó, hoặc 0,149 gam trên mỗi lít của kẽm phosphat được phân tán.

Dung dịch này được sử dụng làm chất hoạt hóa trong quy trình phosphat hóa kẽm tiêu chuẩn để tạo ra các lớp phủ phosphat trên các tấm CRS và EG, như trong ví dụ 1. Tấm EG có vẻ bề ngoài chấp nhận được, nhưng lớp phủ kẽm phosphat trên tấm CRS không hoàn toàn và không chấp nhận.

Ví dụ 3

Bổ sung 3 gam chất làm phân tán B vào chất làm phân tán trong ví dụ 2 và được trộn đến khi đồng nhất, để tạo ra dung dịch chứa 0,149 gam trên mỗi lít kẽm phosphat và 0,25 gam trên mỗi lít silic oxit. Dung dịch này được sử dụng làm chất hoạt hóa trong quy trình phosphat hóa kẽm tiêu chuẩn để tạo ra các lớp phủ phosphat các tấm CRS và EG. Cả hai tấm có các lớp phủ phosphat hoàn toàn với sự tinh chế tinh thể tốt.

Ví dụ 4

Trộn 3 gam chất làm phân tán B vào 3 lít nước khử ion để tạo ra chất làm phân tán ổn định chứa 0,25 gam trên mỗi lít silic oxit. Dung dịch này được sử dụng làm chất hoạt hóa trong quy trình phosphat hóa kẽm tiêu chuẩn để xử lý các tấm CRS, EG và nhôm (hợp kim 6111). Chất làm phân tán không hoạt hóa lớp phủ kẽm phosphat; CRS gần như không có các tinh thể, và EG và nhôm có các tinh thể cực kỳ lớn và được tinh luyện kém. Tất cả ba nền là không chấp nhận.

Ví dụ 5

Bổ sung 0,54 gam chất làm phân tán A vào chất làm phân tán trong Ví dụ 4 để tạo ra chất làm phân tán chứa 0,25 gam trên mỗi lít silic oxit và 0,105 gam trên mỗi lít kẽm phosphat. Dung dịch này được sử dụng làm chất hoạt hóa trong quy trình phosphat hóa kẽm tiêu chuẩn để xử lý các tấm CRS, EG và nhôm. Tất cả ba nền có các lớp phủ phosphat hoàn toàn với sự tinh chế tinh thể tốt.

Ví dụ 6

Bổ sung 2,8 gam chất làm phân tán C vào 3 lít nước khử ion để tạo ra chất làm phân tán chứa 0,5 gam trên mỗi lít kẽm phosphat. Dung dịch này được sử dụng làm chất hoạt hóa trong quy trình phosphat hóa kẽm tiêu chuẩn để xử lý các tấm CRS, EG và nhôm. Tất cả ba nền có các lớp phủ phosphat hoàn toàn với sự tinh chế tinh thể tốt.

Các trọng lượng tinh thể và các cỡ tinh thể đối với các lớp phủ phosphat được tạo ra trong các ví dụ từ 1 đến 6 được cung cấp trong Bảng 1, dưới đây.

Bảng 1.

Ví dụ	Trọng lượng lớp phủ CRS (mg/ft ²)	Cỡ Tinh thể CRS (μ)	Trọng lượng lớp phủ EG (mg/ft ²)	Cỡ tinh thể EG (μ)	Trọng lượng lớp phủ Nhôm (mg/ft ²)	Cỡ tinh thể Nhôm (μ)
1	309	3,8	242	2,1	—	—
2	423	11*	209	1,7	—	—
3	325	3,3	199	2,5	—	—
4	67	ít các tinh thể lớn*	583	≥ 50	308	≥ 30*
5	362	4,3	224	2,2	188	3,1
6	239	3,6	184	2,6	161	4,5

* Các ký hiệu chỉ lớp phủ không hoàn toàn

Ví dụ 7

Dung dịch xử lý rửa kẽm phosphat được điều chế như được mô tả trong ví dụ 6, bằng cách sử dụng chất làm phân tán C, và được hóa già như được mô tả dưới đây.

Ví dụ so sánh

Như ví dụ so sánh, dung dịch xử lý rửa dựa trên muối Jernstedt thông thường được điều chế bằng cách hòa tan 3 gam Rinse Conditioner, của PPG Industries, Inc., trong nước khử ion. Một phần của dung dịch được thử nghiệm như được mô tả ở trên trong ví dụ 6 (tức là, “làm mới”) và một phần được hóa già, như được mô tả dưới đây.

Các dung dịch từ ví dụ 7 và ví dụ so sánh được để lắng trong các bình kín trong khoảng thời gian tám tuần. Sau tám tuần, mỗi dung dịch này được sử dụng làm các chất hoạt hóa trong quy trình phosphat hóa kẽm tiêu chuẩn như đã nêu chi tiết ở trên với các tấm phosphat được làm từ thép cán nguội và thép mạ. Cỡ tinh thể và phạm vi lớp phủ là tương tự như dung dịch làm mới (Ví dụ 6) cho quy trình ví dụ 7, nhưng nguyên liệu thông thường không còn được hoạt hóa sau tám tuần. Các cỡ tinh thể thể hiện trong bảng 2, dưới đây:

Bảng 2.

Chất hoạt hóa	Cỡ tinh thể CRS (μ)	Cỡ tinh thể EG (μ)
Làm mới (Ví dụ 6)	3,6	2,6
Làm mới, ví dụ so sánh	1,8	3,2
Được hóa già (Ví dụ 7)	2,4	2,1
Được hóa già, ví dụ so sánh	Không hoàn toàn	27

Trong khi các phương án cụ thể của sáng chế này đã được mô tả ở trên đối với các mục đích minh họa, sáng chế là hiển nhiên đối với các chuyên gia trong lĩnh vực chuyên ngành mà nhiều biến thể của các chi tiết trong sáng chế có thể được thực hiện mà không xa rời khỏi sáng chế như được xác định trong các yêu cầu bảo hộ kèm theo.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Dung dịch rửa hoạt hóa để xử lý nền bao gồm:

(a) thành phần thứ nhất bao gồm chất làm phân tán các hạt phosphat của các kim loại hóa trị hai hoặc hóa trị ba hoặc kết hợp của chúng, các hạt phosphat kim loại nêu trên có cỡ hạt trung bình không lớn hơn 10 μ m; và

(b) thành phần thứ hai bao gồm:

(i) copolyme thứ nhất được tạo thành bởi sự polyme hóa của etylen oxit, propylen oxit, hoặc các kết hợp của chúng, trong đó một đầu của copolyme thứ nhất được kết thúc bởi nhóm amin, nhóm hydroxyl, hoặc nhóm alkyl; và

(ii) copolyme thứ hai được tạo thành bởi sự polyme hóa của styren và monome thứ hai chứa ít nhất một nhóm carboxylat, nhóm anhydrit, hoặc kết hợp của chúng, trong đó monome thứ hai có mặt với lượng nhỏ hơn 50 phần trăm theo trọng lượng của tổng trọng lượng thành phần thứ hai.

2. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 1, trong đó phosphat kim loại có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 50 đến 5.000ppm dựa trên tổng trọng lượng của dung dịch rửa hoạt hóa.

3. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 1, trong đó phosphat kim loại có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 150 đến 1.500ppm dựa trên tổng trọng lượng của dung dịch rửa hoạt hóa.

4. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 1, trong đó kim loại hóa trị hai hoặc hóa trị ba bao gồm kẽm, sắt, hoặc kết hợp của chúng.

5. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 1, trong đó copolyme thứ nhất có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 10ppm đến 10.000ppm dựa trên tổng trọng lượng của dung dịch rửa hoạt hóa.

6. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 1, trong đó copolyme thứ nhất có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 50ppm đến 1.000ppm dựa trên tổng trọng lượng của dung dịch rửa hoạt hóa.

7. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 1, trong đó copolyme thứ hai có mặt với lượng nhỏ hơn 30 phần trăm theo trọng lượng của tổng trọng lượng của dung dịch rửa hoạt hóa.

8. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 1, trong đó monome thứ hai bao gồm diaxit, anhydrit của diaxit, hoặc kết hợp của chúng.

9. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 1, trong đó tỷ lệ theo trọng lượng của thành phần thứ nhất với thành phần thứ hai là nằm trong khoảng từ 1:1 đến 20:1.
10. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 1, còn bao gồm silic oxit.
11. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 10, trong đó silic oxit có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 50ppm đến 5.000ppm dựa trên tổng trọng lượng của dung dịch rửa hoạt hóa.
12. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 10, trong đó silic oxit được kết tủa.
13. Dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 10, trong đó silic oxit có thể nghiền được dưới máy cắt.
14. Phương pháp xử lý nền bao gồm bước: (i) phủ dung dịch rửa hoạt hóa lên ít nhất một phần của nền, trong đó dung dịch rửa hoạt hóa bao gồm:
 - (a) thành phần thứ nhất bao gồm chất làm phân tán các hạt phosphat của các kim loại hóa trị hai hoặc hóa trị ba hoặc các kết hợp của chúng, các hạt phosphat kim loại nêu trên có cỡ hạt trung bình không lớn hơn 10 μ m; và
 - (b) thành phần thứ hai bao gồm:
 - (i) copolyme thứ nhất được tạo thành bởi sự polyme hóa của etylen oxit, propylen oxit, hoặc các kết hợp của chúng, trong đó một đầu của copolyme thứ nhất được kết thúc bởi nhóm amin, nhóm hydroxyl, hoặc nhóm alkyl; và
 - (ii) copolyme thứ hai được tạo thành bởi sự polyme hóa của styren và monome thứ hai chứa ít nhất một nhóm carboxylat, nhóm anhydrit, hoặc các kết hợp của chúng, trong đó monome thứ hai có mặt với lượng nhỏ hơn 50 phần trăm theo trọng lượng của tổng trọng lượng thành phần thứ hai.
15. Phương pháp theo điểm 14, trong đó kim loại hóa trị hai hoặc hóa trị ba bao gồm kẽm, sắt, hoặc kết hợp của chúng.
16. Phương pháp theo điểm 14, trong đó monome thứ hai bao gồm diaxit, anhydrit của diaxit, hoặc kết hợp của chúng.
17. Phương pháp theo điểm 14, trong đó dung dịch rửa hoạt hóa còn bao gồm silic oxit.
18. Phương pháp theo điểm 14, còn bao gồm bước (ii) phosphat hóa ít nhất một phần của nền bằng dung dịch kẽm phosphat.
19. Nền được xử lý bằng dung dịch rửa hoạt hóa theo điểm 1.
20. Nền theo điểm 19, trong đó nền này còn bao gồm lớp phủ phosphat.