



(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)



1-0031993

(51)⁷ C08L 83/06; C08K 5/56; C09D 7/12; (13) B
C09D 183/04; C08K 5/01

-
- (21) 1-2018-05011 (22) 29/03/2017
(86) PCT/JP2017/013001 29/03/2017 (87) WO 2017/187874 02/11/2017
(30) 2016-087978 26/04/2016 JP
(45) 25/05/2022 410 (43) 25/02/2019 371A
(73) THREEBOND CO., LTD. (JP)
3-3, Minamiosawa 4-chome, Hachioji-shi, Tokyo, Japan
(72) KIRINO Manabu (JP).
(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)
-

(54) CHẾ PHẨM HÓA CỨNG ĐƯỢC, PHƯƠNG PHÁP TẠO LỚP PHỦ BẰNG CÁCH PHỦ CHẾ PHẨM VÀ LỚP PHỦ HÓA CỨNG ĐƯỢC TẠO RA THEO PHƯƠNG PHÁP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm hóa cứng được chứa: (A) 100 phần khối lượng nhựa silicon có độ nhớt từ 50 đến 500 mm²s⁻¹ ở 25°C và có nhóm có thể thủy phân, (B) từ 1,0 đến 30 phần khối lượng chất xúc tác gốc nhôm cho phản ứng ngưng tụ, và (C) từ 600 đến 1700 phần khối lượng dung môi hữu cơ chứa 40% theo khối lượng hợp chất hydrocacbon naphten hoặc nhiều hơn và trong số các thành phần này, khoảng nhiệt độ từ điểm sôi hoặc điểm sôi ban đầu đến điểm khô nằm trong khoảng từ 140 đến 200°C. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp tạo lớp phủ bằng cách phủ chế phẩm hóa cứng được này và lớp phủ hóa cứng được tạo ra bằng phương pháp này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm hóa cứng được mà về cơ bản chứa tổ hợp gồm hợp chất polysiloxan hữu cơ có độ nhớt nằm trong khoảng cụ thể, chất xúc tác gồm hợp chất kim loại cụ thể, và hợp chất hữu cơ dễ bay hơi có nhiệt độ sôi nằm trong khoảng cụ thể, theo tỷ lệ cấu thành cụ thể, và đề cập đến chế phẩm hóa cứng được mà có thể hóa rắn trong môi trường nhiệt độ phòng để tạo lớp phủ có tính kỵ nước, đặc tính trượt nước và tính bền lên bề mặt kim loại, bề mặt đã sơn hoặc bề mặt nhựa, đặc biệt tốt hơn là bề mặt đã sơn chẳng hạn như thân xe ô tô.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chế phẩm hóa cứng được ở thể rắn, bán rắn hoặc lỏng thường được phủ hoặc đặt lên tấm thép đã sơn của thân xe ô tô và tương tự nhằm bảo vệ và cải thiện tính thẩm mỹ. Theo đó, người ta đã biết đến chế phẩm hóa cứng được, chế phẩm thu được bằng cách bổ sung dầu polysiloxan hữu cơ dễ bay hơi và dimethylpolysiloxan dễ bay hơi vào polysiloxan hữu cơ hóa cứng được trong môi trường ẩm, dung môi hữu cơ và chất xúc tác hóa cứng (Tài liệu sáng chế 1); và chế phẩm được bổ sung chất gồm silicon độ nhớt cao (Tài liệu sáng chế 2). Tuy nhiên, các chế phẩm này khó thể hiện đặc tính kỵ nước trong thời gian dài, do dầu polysiloxan hữu cơ không hoạt động bị bay hơi và tiêu hao theo thời gian.

Nhằm giải quyết vấn đề nêu trên, nhiều chế phẩm khác nhau gồm oligome silicon hóa cứng được trong môi trường ẩm, dung môi hữu cơ, chất xúc tác hóa cứng, và dầu silicon có nhóm chức hoạt động trong phân tử đã được đề xuất. Tài liệu sáng chế 3 bộc lộ chế phẩm sử dụng dầu silicon hoạt động có nhóm hoạt động được chọn từ nhóm carbinol, nhóm carboxy, nhóm amino, nhóm hydroxyl (nhóm silanol) và nhóm tương tự ở cả hai đầu của chuỗi phân tử, và tài liệu sáng chế 4, tài liệu sáng chế 5, v.v.

bộc lộ các chế phẩm thu được bằng cách pha loãng oligome silicon hoạt động độ nhớt thấp có nhóm alkoxysilyl tại đầu của chuỗi phân tử trong dung môi gốc rượu, dung môi gốc parafin, dung môi thơm, dung môi gốc este, dung môi gốc glycol, hoặc tương tự. Ngoài ra, tài liệu sáng chế 6 đề xuất chế phẩm sử dụng dầu silicon hoạt động có nhóm carbinol hoặc nhóm amino ở chuỗi bên của phân tử, và tài liệu sáng chế 7 đề xuất chế phẩm gồm alkoxysilan chứa flo. Tài liệu sáng chế 8, tài liệu sáng chế 9, tài liệu sáng chế 10, tài liệu sáng chế 11, v.v. bộc lộ các chế phẩm thu được bằng cách pha loãng oligome silicon hoạt động có nhóm alkoxysilyl tại đầu của chuỗi phân tử với lượng dung môi lớn chẳng hạn như dung môi gốc isoparafin và dầu hỏa. Tài liệu sáng chế 12 bộc lộ chế phẩm thu được bằng cách pha loãng oligome silicon hoạt động với dung môi gốc isoparafin điểm sôi cao.

Tài liệu tham khảo

Các tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn đăng ký cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 10-36771

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn đăng ký cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 2013-194058

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn đăng ký cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 2008-75021

Tài liệu sáng chế 4: Công bố đơn đăng ký cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 2006-45507

Tài liệu sáng chế 5: Công bố đơn đăng ký cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 2007-161989

Tài liệu sáng chế 6: Công bố đơn đăng ký cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 2010-31074

Tài liệu sáng chế 7: Công bố đơn quốc tế số WO 1996/000758

Tài liệu sáng chế 8: Công bố đơn đăng ký cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 2009-138063

Tài liệu sáng chế 9: Công bố đơn đăng ký cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 2009-138062

Tài liệu sáng chế 10: Công bố đơn đăng ký cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 2013-166957

Tài liệu sáng chế 11 Công bố đơn đăng ký cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 2010-202717

Tài liệu sáng chế 12: Công bố đơn đăng ký cấp bằng sáng chế Nhật Bản số 2012-241093

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề cần giải quyết

Tuy nhiên, tất cả các chế phẩm này rất khó để thỏa mãn đồng thời các đặc tính chẳng hạn như độ ổn định bảo quản trong trạng thái chưa hóa cứng, tính kỵ nước của màng hóa cứng, đặc tính lướt nước (đặc tính trượt nước) và khả năng chịu mài mòn. Ngoài ra, cần phải quét ướt hoặc sử dụng phương tiện quét khác để phủ đều các chế phẩm này. Nếu cố gắng phủ các chế phẩm chỉ bằng cách quét khô, thì không thể quét mượt lên chế phẩm, dẫn đến màng không nhẵn, và từ đó khó tạo màng đồng nhất. Tức là, các chế phẩm này có khả năng gia công kém.

Giải pháp cho vấn đề

Do đó, khó làm thỏa mãn các đặc tính cần có cho lớp phủ và tương tự bằng chế phẩm tạo lớp phủ hóa cứng được thông thường. Như là kết quả của các nghiên cứu chuyên sâu để cải tiến các đặc tính này, sáng chế đề xuất chế phẩm hóa cứng được có thành phần như sau: (A) 100 phần khối lượng nhựa silicon có độ nhớt $50-500 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$ ở 25°C và có nhóm hoạt động có khả năng thủy phân, (B) 1,0-30 phần khối lượng chất xúc tác gốc nhôm cho phản ứng ngưng tụ, và (C) 600-1700 phần khối lượng dung môi hữu cơ chứa 40% khối lượng hợp chất hydrocacbon naphten hoặc hơn và trong số những thành phần này điểm sôi hoặc khoảng nhiệt độ từ điểm sôi ban đầu đến điểm khô nằm trong khoảng từ $140-200^\circ\text{C}$.

Ngoài ra, sáng chế bao gồm các phương án dưới đây. Phương án thứ hai là chế phẩm hóa cứng được theo phương án thứ nhất, trong đó điểm sôi hoặc khoảng nhiệt độ từ điểm sôi ban đầu đến điểm khô của (C) nằm trong khoảng từ 142-175°C, và độ chênh lệch nhiệt độ giữa điểm sôi ban đầu và điểm khô (sự phân bố nhiệt độ) trong phạm vi 20°C khi các điểm sôi không phải là một nhiệt độ.

Phương án thứ ba là chế phẩm hóa cứng được theo phương án thứ nhất hoặc thứ hai tạo ra lớp phủ trên bề mặt của tấm thép hoặc tấm thép đã sơn.

Phương án thứ tư là chế phẩm hóa cứng được theo phương án thứ ba trong đó tấm thép hoặc tấm thép đã sơn là thân xe ô tô.

Phương án thứ năm là phương pháp tạo lớp phủ bằng cách: phủ chế phẩm hóa cứng được theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ thứ nhất đến thứ tư lên bề mặt của thân xe ô tô; làm bay hơi (C) ở môi trường nhiệt độ thường hoặc gia nhiệt; và quét khô hoặc quét ướt sau đó quét khô bề mặt.

Phương án thứ sáu là lớp phủ hóa cứng được tạo thành theo phương pháp tạo lớp phủ theo phương án thứ năm.

Hiệu quả đạt được bởi sáng chế

Người ta sử dụng chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế, sao cho nó có thể tạo ra lớp phủ, trên các tấm thép hoặc tấm thép đã sơn dùng cho thân xe ô tô và tương tự, có tính kỵ nước và đặc tính trượt nước thích hợp hơn và cực kỳ tốt về khả năng chịu mài mòn, độ ổn định bảo quản, khả năng gia công trong bước quét, và các đặc tính tương tự khác.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết. Thành phần (A) chứa trong chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế là nhựa silicon có độ nhớt từ 50-500 mm²s⁻¹ ở 25°C và có nhóm hoạt động có khả năng thủy phân trong phân tử của nó. Thành phần này có

tác dụng chính trong việc biểu hiện các chức năng chẳng hạn như tính kỵ nước, đặc tính trượt nước và khả năng chịu mài mòn trong lớp phủ hóa cứng được làm từ chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế. Ở đây, nhựa silicon dùng để chỉ hợp chất thu được bằng cách thực hiện thủy phân từng phần và ngưng tụ khử sự rượu hóa hợp chất alkoxysilan đa chức (ở đây còn được gọi là ngưng tụ thủy phân từng phần) bằng chất xúc tác đã biết chẳng hạn như axit, bazơ, hợp chất hữu cơ thiếc hoặc hợp chất hữu cơ titan, và cũng dùng để chỉ hợp chất silicon có nhóm có khả năng thủy phân được dẫn xuất từ hợp chất alkoxysilan tại đầu chuỗi phân tử và/hoặc chuỗi bên và tương tự, và có cấu trúc mạch thẳng hoặc mạng ba chiều. Thông thường, hợp chất này là sản phẩm ngưng tụ được thủy phân từng phần của hợp chất alkoxysilan được thể hiện bởi công thức cấu tạo (1) sau đây.



Ở đây, mỗi trong số R^1 và R^2 độc lập là nhóm hydrocacbon béo, vòng béo hoặc thơm có 1-8 nguyên tử cacbon mà có thể có nhóm thế, tốt hơn là nhóm hydrocacbon béo có 1-5 nguyên tử cacbon, và đặc biệt tốt hơn là nhóm thế được chọn từ nhóm methyl, nhóm ethyl và nhóm propyl. Ngoài ra, x là số nguyên từ 0-3, tốt hơn là 0 hoặc 1, đặc biệt tốt là 1. Thành phần (A) có thể được điều chế bằng cách: bổ sung chất xúc tác thủy phân đã biết vào hợp chất được thể hiện bởi công thức cấu tạo nêu trên; và khuấy hỗn hợp trong khi gia nhiệt với sự có mặt của hơi ẩm để gây ra sự ngưng tụ thủy phân từng phần. Trong công thức cấu tạo nêu trên, khi x là 0 hoặc 1, polyme của hợp chất sẽ có nhóm alkoxy được thể hiện bởi (OR^2) tại chuỗi bên khi polyme là mạch thẳng, hoặc theo cách khác polyme không có cấu trúc mạch thẳng nhưng cấu thành thể liên kết ngang ba chiều, và từng phần chứa nhóm alkoxy trong cấu trúc. Mặc dù x có thể là 2 hoặc 3 đối với hợp chất, hợp chất có x là 0 hoặc 1 thích hợp hơn để bổ sung hiệu quả nhóm alkoxy vào cấu trúc của thành phần (A).

Trong thành phần (A), giá trị độ nhớt đo được của riêng hợp chất ở 25°C theo JIS-Z-8803 nằm trong khoảng từ 50-500 mm²s⁻¹. Theo sáng chế, độ nhớt của thành phần (A) nằm trong khoảng nêu trên, sao cho lớp phủ hóa cứng của chế phẩm hóa cứng được có thể có tính kỵ nước, đặc tính trượt nước hoặc khả năng chịu mài mòn tốt,

hoặc đa số các đặc tính này.

Có thể sử dụng sản phẩm sẵn có trên thị trường bất kỳ một cách phù hợp làm thành phần (A) miễn là sản phẩm này có các đặc tính nêu trên. Có thể lấy ví dụ hợp chất X-40-9250 (sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., sản phẩm ngưng tụ được thủy phân từng phần của hỗn hợp trong đó cả R^1 và R^2 là các nhóm methyl và $x = 1$ và 2 trong công thức (1), độ nhớt ở 25°C là khoảng $160 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$), X-40-9225 (có sẵn từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., hợp chất trong đó cả R^1 và R^2 là các nhóm methyl trong công thức (1), trọng lượng phân tử trung bình vào khoảng 3.600, độ nhớt ở 25°C là $100 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$), X-40-9246 (sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., hợp chất trong đó cả R^1 và R^2 là nhóm methyl trong công thức (1), trọng lượng phân tử trung bình vào khoảng 6.000, độ nhớt ở 25°C là $80 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$), XR31-B 2733 (sẵn có từ Momentive Performance Materials Japan LLC, sản phẩm ngưng tụ được thủy phân một phần của hỗn hợp trong đó R^1 là nhóm methyl và nhóm phenyl, R^2 là nhóm methyl, và $x = 1$ và 2 trong công thức (1), độ nhớt ở 25°C vào khoảng $220 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$), SH 550 (sẵn có từ Dow Corning Toray Co., Ltd., sản phẩm ngưng tụ được thủy phân một phần trong đó R^1 là nhóm methyl và nhóm phenyl, R^2 là nhóm methyl, và $x = 2$ trong công thức (1), độ nhớt ở 25°C là khoảng $135 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$), và các hợp chất tương tự, và chúng có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp nhau.

Thành phần (B) chứa trong chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế là chất xúc tác gốc nhôm dùng cho phản ứng ngưng tụ, là hợp chất dùng cho phản ứng ngưng tụ bởi phản ứng của nhóm có khả năng thủy phân (Si-OR^2) có trong thành phần (A) với hơi ẩm trong không khí và tương tự. Theo sáng chế, hợp chất gốc nhôm được sử dụng làm chất xúc tác cho phản ứng ngưng tụ, sao cho có thể ngăn chặn sự xuống cấp của bề ngoài do sự nhuộm màu của lớp phủ hóa cứng hoặc tương tự. Người ta đã biết đến nhiều hợp chất hữu cơ nhôm khác nhau là các chất xúc tác gốc nhôm dùng cho phản ứng ngưng tụ, mà có thể lấy làm ví dụ là hợp chất muối nhôm chẳng hạn như nhôm octylat, nhôm triaxetat và nhôm tristearat; hợp chất nhôm alkoxit chẳng hạn như nhôm trimetoxit, nhôm trietoxit, nhôm triallyloxit và nhôm triphenoxit; hợp chất nhôm chelat chẳng hạn như nhôm metoxy bis(etylaxetoaxetat), nhôm metoxy bis(axetylaxetonat),

nhôm etoxy bis(etylaxetoaxetat), nhôm etoxy bis(axetylaxetonat), nhôm isopropoxy bis(etylaxetoaxetat), nhôm isopropoxy bis(metyl axetoaxetat), nhôm isopropoxy bis(t-butylaxetoaxetat), nhôm butoxy bis(etylaxetoaxetat), nhôm dimetoxi (etylaxetoaxetat), nhôm dimetoxi (axetylaxetonat), nhôm dietoxi (etylaxetoaxetat), nhôm dietoxi (axetylaxetonat), nhôm diisopropoxy (etylaxetoaxetat), nhôm diisopropoxy (metylaxetoaxetat), nhôm tris(etylaxetoaxetat), nhôm tris(axetylaxetonat) và nhôm octylaxetoaxetat diisopropylat, và hợp chất tương tự, và chúng có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp với nhau. Trong số chúng, nhôm tris(axetylaxetonat), nhôm tris(etylaxetoaxetat), nhôm diisopropoxy (etylaxetoaxetat), nhôm octylaxetoaxetat diisopropylat, nhôm monoaxetylaxetonat bis(etylaxetoaxetat) đặc biệt thích hợp.

Có thể sử dụng các sản phẩm đã biết sẵn có trên thị trường làm thành phần (B), ví dụ, DX-9740 (hỗn hợp gồm các hợp chất nhôm alkoxit) và CAT-AC (hỗn hợp gồm các hợp chất nhôm alkoxit, sản phẩm đã pha loãng là toluen 50% theo khối lượng) sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., cũng như có thể sử dụng Alumichelat A (W) (nhôm tris(axetylaxetonat)), Alumichelat D (nhôm monoaxetylaxetonat bis(etylaxetoaxetat), thành phần hoạt tính: 76% theo khối lượng), AIPD (nhôm isopropylat), ALCH (nhôm diisopropoxy (etylaxetoaxetat)) và ALCH-TR (nhôm tris(etyl axetoaxetat)) sẵn có từ Kawaken Fine Chemicals Co.,Ltd., và hợp chất tương tự, và chúng có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp với nhau.

Lượng cấu thành của thành phần (B) theo sáng chế nằm trong khoảng từ 1,0-30 phần khối lượng, tốt hơn là 1,5-25 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng thành phần (A). Nếu lượng nhỏ hơn lượng cấu thành nêu trên, có thể xảy ra việc chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế không thể tạo lớp phủ hóa cứng có độ bền thích hợp do hóa cứng kém, và mặt khác, nếu lượng vượt quá lượng cấu thành nêu trên, có thể xảy ra việc chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế gặp vấn đề về độ ổn định bảo quản ở nhiệt độ thường.

Thành phần (C) chứa trong chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế là dung môi hữu cơ chứa 40% theo khối lượng hợp chất hydrocacbon naphten hoặc nhiều hơn và có nhiệt độ sôi nằm trong khoảng từ 140-200°C, tốt hơn là 141-185°C, đặc biệt tốt hơn

là 142-175°C, mà là thành phần chủ yếu trong quy trình mà thành phần (A) và thành phần (B) được hòa tan và pha loãng đều để tạo thành màng mỏng. Hợp chất hydrocacbon naphten được mô tả trong sáng chế là hydrocacbon no có cấu trúc vòng trong phân tử, và miễn là hợp chất có cấu trúc này, cấu trúc vòng có thể bao gồm một hoặc nhiều nhóm chức chẳng hạn như nhóm halogen hoặc các nhóm hữu cơ khác nhau. Trên quan điểm về độ hoạt động, mùi, độ nhớt, v.v. của chế phẩm, nhóm chức đặc biệt thích hợp là nhóm hydrocacbon có ít nhất khoảng 3 nguyên tử cacbon chẳng hạn như nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm n-propyl và nhóm i-propyl. Khi điểm sôi của thành phần (C) không thấp hơn giá trị giới hạn dưới của khoảng nêu trên, chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế có thể ở trạng thái lỏng trên lớp nền trong khoảng thời gian cần thiết để tạo thành màng. Mặt khác, khi điểm sôi không lớn hơn giá trị giới hạn trên của khoảng nêu trên, chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế có thể có tính dễ bay hơi thích hợp và thu được khả năng gia công tốt hơn. Ở đây, khi các điểm sôi không phải là một nhiệt độ do thành phần là hỗn hợp hoặc tương tự, khoảng điểm sôi theo sáng chế là khoảng bao gồm nhiệt độ bắt đầu sôi (điểm sôi ban đầu) và nhiệt độ kết thúc sôi (điểm khô). Trong trường hợp này, trên quan điểm về khả năng gia công, đặc biệt tốt hơn là độ chênh lệch nhiệt độ (sự phân bố nhiệt độ) giữa điểm sôi ban đầu và điểm khô trong phạm vi 20°C.

Dung môi hữu cơ chứa 40% theo khối lượng hợp chất hydrocacbon naphten hoặc nhiều hơn làm thành phần (C) được sử dụng, sao cho sản phẩm hóa cứng của thành phần (A) mà đã được hóa cứng từ từ trên lớp nền có thể được trải rộng đồng nhất bằng cách quét khô khi tạo lớp phủ hóa cứng từ chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế. Mặc dù chưa biết cơ chế cụ thể để biểu hiện chức năng này, có thể cho rằng, bằng cách sử dụng dung môi hữu cơ có thành phần nêu trên, dung môi có thể đóng vai trò chất dẻo hóa trong sản phẩm hóa cứng mà đã được hóa cứng từ từ trên lớp nền để làm mềm sản phẩm hóa cứng đến mức độ nhất định, cho phép dàn trải sản phẩm hóa cứng bằng lực bên ngoài khi quét khô, sao cho có thể tạo ra sản phẩm hóa cứng lên màng mỏng trên lớp nền.

Theo sáng chế, có thể chọn vật liệu bất kỳ là hợp chất hydrocacbon naphten có

trong dung môi hữu cơ sao cho thích hợp. Ở đây, khi dung môi hữu cơ là vật liệu chỉ chứa hợp chất hydrocacbon naphten, có thể lấy ví dụ là dung môi propylxyclohexan (điểm sôi: 155°C), 1,3,5-trimetylxclohexan (điểm sôi: 140°C), 1,2,3-trimetylxclohexan (điểm sôi: 151°C), 1,2,4-trimetylxclohexan (điểm sôi: 145°C), xyclooctan (điểm sôi: 149°C), 1,1,3,5-tetrametylxclohexan (điểm sôi: 148°C), xyclooctan (điểm sôi: 149°C), và hợp chất tương tự. Mỗi hợp chất hydrocacbon naphten này có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc ở dạng hỗn hợp nhiều hợp chất. Nếu khoảng nhiệt độ từ điểm sôi, tức là, điểm sôi ban đầu, đến điểm khô của hỗn hợp nằm trong khoảng nhiệt độ nêu trên, hỗn hợp có thể chứa hợp chất hydrocacbon naphten trong đó điểm sôi của hợp chất riêng lẻ nằm ngoài khoảng nêu trên. Ngoài ra, theo sáng chế, nếu điểm sôi của toàn bộ dung môi hữu cơ nằm trong khoảng nêu trên, dung môi hữu cơ có thể chứa hợp chất dung môi hữu cơ không phải là hợp chất hydrocacbon naphten. Trong trường hợp này, tỷ lệ hợp chất hydrocacbon naphten trên toàn bộ dung môi hữu cơ là 30% theo khối lượng hoặc lớn hơn.

Như là sản phẩm dung môi hữu cơ trên thị trường, có thể sử dụng sản phẩm được bán ở dạng hỗn hợp của các hợp chất hydrocacbon naphten khác nhau, và có thể lấy ví dụ như Swaclean 150 (điểm sôi ban đầu: 145°C, điểm khô: 170°C) và Naphtesol 160 (điểm sôi ban đầu: 157°C, điểm khô: 179°C) sẵn có từ Maruzen Petrochemical CO., LTD., Exxsol D 30 (điểm sôi ban đầu: 145°C, điểm khô: 163°C) và Exxsol D40 (điểm sôi ban đầu: 166°C, điểm khô: 191°C) sẵn có từ Exxon Mobil Corporation, và các hợp chất tương tự.

Lượng cấu thành của thành phần (C) theo sáng chế nằm trong khoảng từ 600-1700 phần khối lượng, tốt hơn là 700-1600 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng của thành phần (A). Khi lượng cấu thành nằm trong khoảng này, chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế có thể có cả tính dễ bay hơi và khả năng tạo lớp phủ phù hợp, và có thể được phủ với khả năng gia công tốt từ đó đạt được sự hình thành lớp phủ đồng nhất.

Ngoài ra, trong chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế, có thể bổ sung các chất phụ gia thích hợp bất kỳ trừ phi ảnh hưởng đến các đặc tính. Có thể chọn các thành

phần tương ứng với từng mục đích, ví dụ, chất tạo kết dính chẳng hạn như dầu silicon hoạt động hoặc không hoạt động, hợp chất alkoxysilan và chất liên kết silan, chất chống oxi hóa, chất chống ăn mòn, chất tạo màu, chất hoạt động bề mặt, chất điều chỉnh lưu biến, chất hấp thụ tia cực tím, chất hấp thụ tia hồng ngoại, chất huỳnh quang, chất nhám, dầu thơm, chất độn và các chất tương tự.

Chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế có thể được phủ lên các lớp nền chẳng hạn như kim loại, kính, gốm và nhựa, tốt hơn là lên tấm thép, tấm thép đã sơn hoặc bề mặt kính, đặc biệt tốt hơn là lên tấm thép đã sơn dùng cho ngoại thất xe ô tô (còn gọi là tấm thép ngoại thất xe ô tô trong bản mô tả này).

Ngoài ra, sáng chế đề cập đến phương pháp tạo lớp phủ sử dụng chế phẩm hóa cứng được. Phương pháp tạo lớp phủ theo sáng chế bao gồm các bước: phủ chế phẩm hóa cứng được lên bề mặt của thân xe ô tô; làm bay hơi thành phần (C) trong môi trường nhiệt độ thường hoặc môi trường gia nhiệt; và sau đó quét khô hoặc quét ướt sau đó quét khô bề mặt. Mặc dù có thể sử dụng phương pháp phủ thứ hai, tức là, quét khô sau khi quét ướt, sáng chế đặc trưng ở chỗ có thể thu được lớp phủ hóa cứng có đặc tính tốt từ chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế chỉ bằng quét khô, và từ đó có khả năng gia công khi phủ rất tốt.

Các phương tiện phủ khi tạo lớp phủ từ chế phẩm hóa cứng được không bị giới hạn cụ thể, và có thể chọn sao cho thích hợp từ các phương tiện phủ bất kỳ, ví dụ, phủ thủ công sử dụng xơ sợi thấm chế phẩm, phủ bằng chổi, phủ cơ học sử dụng máy tự động, và phương pháp tương tự. Theo sáng chế, việc phủ theo phương pháp sau đây đặc biệt thích hợp. Đó là, phương pháp gồm các bước: ngâm xơ sợi chẳng hạn như miếng bọt biển khô hoặc vải thưa với lượng phù hợp chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế; dàn mỏng chế phẩm hóa cứng được lên bề mặt của lớp nền bằng tay; và làm bay hơi các thành phần bay hơi bằng làm khô tự nhiên hoặc làm khô cưỡng bức sử dụng máy làm khô hoặc tương tự. Lúc này, thành phần (A) mà là thành phần hoạt động chứa trong chế phẩm tiếp xúc với hơi ẩm trong không khí để thúc đẩy phản ứng thủy phân nhờ tác động của chất xúc tác (B), và được tạo liên kết ngang và hóa cứng trên lớp nền song song với quá trình bay hơi của thành phần dễ bay hơi để tạo ra sản phẩm

hóa cứng bằng nhựa. Sau đó, sản phẩm hóa cứng có thể được trải ra bằng cách quét khô với vải khô hoặc tương tự để tạo lớp bọc có lớp phủ hóa cứng đồng nhất. Đối với chế phẩm hóa cứng được thông thường đã biết, cần phải có bước quét ướt sau khi làm bay hơi các thành phần dễ bay hơi, hoặc bước hậu xử lý trong đó xử lý bề mặt bằng dung dịch xử lý để quét thêm một lần nữa, và sau đó quét khô bằng vải khô, trong suốt quy trình phủ. Mặt khác, mặc dù có thể đưa chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế vào các quy trình hậu xử lý này, vẫn có thể thu được lớp phủ hóa cứng đồng nhất chỉ bằng quét khô với vải khô sau khi dung môi bay hơi, mà có khả năng gia công đặc biệt tốt. Ở đây, lớp phủ hóa cứng làm từ chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế tốt hơn là màng mỏng, và tốt hơn là có độ dày màng trong khoảng từ 0,002-75 μ m, tốt hơn là 0,01-50 μ m, tốt hơn nữa là 0,05-10 μ m. Khi độ dày màng của lớp phủ hóa cứng nằm trong khoảng nêu trên, có thể đạt được đồng thời tính kỵ nước, đặc tính trượt nước, khả năng gia công khi phủ và khả năng chịu mài mòn tốt.

Sau đây, các hiệu quả của sáng chế sẽ được giải thích chi tiết với sự tham chiếu đến các ví dụ, nhưng các ví dụ này không nhằm giới hạn các phương án của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các đặc tính của chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế được đánh giá trong các ví dụ và ví dụ so sánh dưới đây. Ở đây, liên quan đến các đặc tính tương ứng, chế phẩm có không nhiều hơn một đặc tính được đánh giá là "Trung bình (hình tam giác Δ)" là thích hợp hơn, và chế phẩm có tất cả các đặc tính được đánh giá là "Tốt (hình vòng tròn $\circ$)" là thích hợp hơn nữa, làm chế phẩm được sử dụng cho mục đích tạo lớp phủ. Ngoài ra, mỗi chế phẩm hóa cứng được (sau đây còn gọi đơn giản là "chế phẩm") được đánh giá trong các ví dụ và ví dụ so sánh theo sáng chế được điều chế bằng cách trộn các nguyên liệu thô thể hiện trong bảng 1 và bảng 2 với tỷ lệ khối lượng cũng được mô tả trong bảng, và khuấy ở 25°C trong 30 phút.

Phương pháp đánh giá tính kỵ nước/đặc tính trượt nước

Thấm khoảng 2ml từng chế phẩm thể hiện trong các bảng lên giấy lụa, phủ

mỏng lên tấm đã sơn đen (sẵn có từ ASAHI-BETECHNO K.K., vật liệu: SPCC-SD, tiêu chuẩn: JIS-G-3141, kích thước: 0,8 mm×70 mm×150 mm, một bề mặt đã được sơn đen bằng aminoalkyt sau khi biến đổi hóa học và mạ điện) bằng tay, sau đó để trong phòng có nhiệt độ 25°C trong 10 phút, và sau đó phần còn lại được quét bằng vải khô làm từ sợi siêu nhỏ. Sau đó tiếp tục để trong phòng có nhiệt độ 25°C trong 2 tuần để hóa cứng, để thu được mẫu thử nghiệm được phủ từng chế phẩm. Nhỏ một giọt (khoảng 0,05ml) nước tinh khiết lên mẫu thử nghiệm này, và đo góc tiếp xúc với giọt nước (góc tiếp xúc nước) sử dụng máy đo góc tiếp xúc (DM-500, sẵn có từ Kyowa Interface Science Co., Ltd.) để đánh giá tính kỵ nước. Tính kỵ nước được đánh giá theo tiêu chí đánh giá, trong đó mẫu thử nghiệm có góc tiếp xúc nước lớn hơn 95° được đánh giá là "Tốt (○)", mẫu thử nghiệm có góc tiếp xúc nước từ 83-95° được đánh giá là "Trung bình (Δ)", và mẫu thử nghiệm có góc tiếp xúc nước nhỏ hơn 83° được đánh giá là "Kém (×)". Ngoài ra, nhỏ một giọt (khoảng 0,05ml) nước tinh khiết lên cùng mẫu thử nghiệm, nghiêng từ từ mẫu thử nghiệm từ trạng thái nằm ngang, và quan sát bằng mắt góc mà giọt nước bắt đầu chảy (góc trượt nước) để đánh giá đặc tính trượt nước. Đặc tính trượt nước được đánh giá theo tiêu chí đánh giá, trong đó mẫu thử nghiệm có góc trượt nước nhỏ hơn 35° được đánh giá là "Tốt (○)", mẫu thử nghiệm có góc trượt nước từ 35-45° được đánh giá là "Trung bình (Δ)", và mẫu thử nghiệm có góc trượt nước lớn hơn 45° được đánh giá là "Kém (×)".

Phương pháp đánh giá khả năng chịu mài mòn

Mẫu thử nghiệm được phủ chế phẩm được chuẩn bị bằng phương pháp giống như phương pháp đã sử dụng để đánh giá tính kỵ nước/đặc tính trượt nước. Bề mặt trên một mặt của mẫu thử nghiệm trên đó được phủ chế phẩm được đưa vào bài kiểm tra khả năng chịu mài mòn sử dụng máy thử ma sát đơn giản (sẵn có từ Imoto Machinery Co., Ltd.). Trong bài kiểm tra, tấm di chuyển có gắn mẫu thử nghiệm được làm chuyển động qua lại với quãng dịch chuyển qua lại 100mm với tốc độ 30 lần/phút, và trên phần trung tâm của mẫu thử nghiệm, đặt vật thể tạo ma sát có khối lượng 300g, vật thể được cho chuyển động qua lại 300 lần để làm mòn mẫu thử nghiệm. Đo góc tiếp xúc nước của bề mặt sau khi mài mòn bằng phương pháp giống như đã mô tả ở

trên để đánh giá khả năng chịu mài mòn. Thực hiện đánh giá theo tiêu chí đánh giá, trong đó mẫu thử nghiệm có góc tiếp xúc nước sau 300 chuyển động qua lại lớn hơn 90% góc tiếp xúc nước trước khi mài mòn được đánh giá là "Tốt (○)", từ 75-90% được đánh giá là "Trung bình (Δ)", và nhỏ hơn 75% được đánh giá là "Kém (×)". Ở đây, vật thể tạo ma sát sử dụng trong thử nghiệm được chuẩn bị bằng cách quấn vải sạch khô có chiều rộng 40mm được thấm lượng nước chung cất thích hợp (vải thấm nước làm từ sợi tổng hợp xenluloza/bông, "Threebond 6644E" sẵn có từ ThreeBond Co., Ltd.) xung quanh ống thép không gỉ có đường kính 20mm, và đặt sao cho trục của ống được định hướng trực giao với hướng di chuyển của tấm di chuyển.

Phương pháp đánh giá khả năng gia công

Chế phẩm được phủ lên tấm đã phủ trong cùng điều kiện như khi đánh giá tính kỵ nước và đặc tính trượt nước, mà đã được để trong phòng có nhiệt độ 25°C trong 10 phút, sau đó phần còn lại được quét khô bằng vải khô làm từ sợi siêu nhỏ, và khả năng gia công được đánh giá bằng cảm nhận về lực cản khi quét. Đánh giá được thực hiện theo tiêu chí đánh giá, trong đó mẫu thử nghiệm có thể được quét đều bằng lực nhẹ được đánh giá là "Tốt (○)", và mẫu thử nghiệm có cảm giác lờ mờ chồm khi quét được đánh giá là "Kém (×)".

Phương pháp đánh giá độ ổn định bảo quản

Cho khoảng 50g mỗi chế phẩm có trong các bảng vào trong chai thủy tinh trong suốt không màu 100ml, làm kín, lưu trữ trong bể điều nhiệt ở 40°C trong một tháng, và sau đó quan sát bằng mắt vờ ngoài của chất lỏng để đánh giá độ ổn định bảo quản. Đánh giá được thực hiện theo tiêu chí đánh giá, trong đó mẫu thử nghiệm không đổi màu được đánh giá là "Tốt (○)", mẫu thử nghiệm hơi vàng hoặc hơi nâu được đánh giá là "Trung bình (Δ)", và mẫu thử nghiệm thay đổi màu rõ ràng được đánh giá là "Kém (×)".

Các vật liệu sau được sử dụng làm vật liệu thô có trong từng chế phẩm ở các ví dụ và ví dụ so sánh.

(A) Các loại nhựa silicon có độ nhớt từ 50-500 mm²s⁻¹ ở 25°C và có nhóm hoạt

động có khả năng thủy phân, và thành phần so sánh trong đó:

- X-40-9250: hợp chất sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., trong đó cả R^1 và R^2 là các nhóm methyl trong công thức (1), trọng lượng phân tử trung bình khoảng 2.100 và độ nhớt ở 25°C là 160 mm²s⁻¹;

- X-40-9225: hợp chất sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., trong đó cả R^1 và R^2 là các nhóm methyl trong công thức (1), trọng lượng phân tử trung bình khoảng 3.600 và độ nhớt ở 25°C là 100 mm²s⁻¹;

- X-40-9246: hợp chất sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., trong đó cả R^1 và R^2 là các nhóm methyl trong công thức (1), trọng lượng phân tử trung bình khoảng 6.000 và độ nhớt ở 25°C là 80 mm²s⁻¹;

- (Sản phẩm so sánh) KR-500: hợp chất sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., trong đó cả R^1 và R^2 là các nhóm methyl trong công thức (1), trọng lượng phân tử trung bình khoảng 1.000 và độ nhớt ở 25°C là 25 mm²s⁻¹.

(B) Chất xúc tác gốc nhôm cho phản ứng ngưng tụ, và các thành phần so sánh trong đó:

- DX 9740: hợp chất nhôm alkoxit sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.;

- (Sản phẩm so sánh) D25: chất xúc tác gốc titan hữu cơ sẵn có từ Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.;

- (Sản phẩm so sánh) ORGATIX TC401: dung dịch 2-propanol chứa 65% theo khối lượng titan tetraaxetylaxetonat, sẵn có từ Matsumoto Fine Chemical Co.Ltd..

(C) Các dung môi hữu cơ có điểm sôi trong khoảng 140-200°C và chứa hợp chất hydrocacbon naphten, và các thành phần so sánh trong đó:

- Swaclean 150: dung môi hữu cơ chứa hỗn hợp C₉ alkylxyclohexan, sẵn có từ Maruzen Petrochemical CO., LTD., điểm sôi ban đầu là 145°C và điểm khô là 170°C;

- Exxsol D30: dung môi hữu cơ chứa khoảng 50% hợp chất hydrocacbon naphten đã khử thơm, sẵn có từ Exxon Mobil Corporation, điểm sôi ban đầu là 145°C và điểm khô là 163°C;

· Exxsol D40: dung môi hữu cơ chứa khoảng 90% hợp chất hydrocarbon naphten đã khử thơm, sản có từ Exxon Mobil Corporation, điểm sôi ban đầu là 166°C và điểm khô là 191°C;

· (Sản phẩm so sánh) Exxsol D80: dung môi hữu cơ chứa hợp chất hydrocarbon naphta nhẹ đã hydro hóa, sản có từ Exxon Mobil Corporation, điểm sôi ban đầu là 205°C và điểm khô là 240°C;

· (Sản phẩm so sánh) KYOWASOL C-900: dung môi hữu cơ chứa hỗn hợp chất đồng phân C₉ alkan, sản có từ KH Neochem Co., Ltd., điểm sôi ban đầu là 131°C và điểm khô là 141°C.

Bảng 1

	Vật liệu thô	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7
(A)	X-40-9250	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
(B)	DX 9740	0,11	0,13	0,17	0,14	0,13	0,17	0,11
(C)	Swaclean 150					14,7	13,3	
	D30	13,3	13,3	13,3	14,3			
	D40							13,3
Đánh giá đặc tính	Tính kỵ nước	○	○	○	○	○	○	○
	Đặc tính trượt nước	○	○	○	○	○	○	○
	Khả năng chịu mài mòn	○	○	○	○	○	○	Δ
	Khả năng	○	○	○	○	○	○	○

	gia công							
	Độ ổn định bảo quản	○	○	○	○	○	○	○

Bảng 2

	Vật liệu thô	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3	Ví dụ so sánh 4	Ví dụ so sánh 5	Ví dụ so sánh 6	Ví dụ so sánh 7	Ví dụ so sánh 8
(A)	X-40- 9250	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0			
	X-40- 9225							1,0	
	X-40- 9246								1,0
(A)'	KR500						1,0		
(B)	DX 9740			0,17				0,11	0,11
(B)'	D 25	0,05	0,13				0,05		
	TC401				0,012	0,013			
(C)	Swaclean 150								
	D30	12,5			16,7	14,3	12,5	18,0	20,0
(C)'	D80		13,3						
	C900			13,3					
Đánh	Tính ky	○	×	○	○	○	×	×	Δ

giá đặc	nước								
tính	Đặc tính								
	trượt nước	○	×	○	○	○	Δ	×	Δ
	Khả năng chịu mài mòn	○	○	○	Δ	Δ	Δ	×	×
	Khả năng gia công	○	○	×	○	○	×	○	○
	Độ ổn định bảo quản	×	×	○	Δ	Δ	×	○	○

Trong các ví dụ ở bảng 1, có thể xác nhận rằng tất cả các chế phẩm theo sáng chế chứa các thành phần tương ứng (A) đến (C) theo tỷ lệ cấu thành định trước đều tốt về tính kỵ nước, đặc tính trượt nước, khả năng chịu mài mòn, khả năng gia công và độ ổn định bảo quản. Trong ví dụ 7, do sự bay hơi của (C) khi phủ đã được làm chậm phần nào nhờ sử dụng vật liệu có khoảng điểm sôi cao hơn một chút để làm (C), nhận thấy rằng lượng chế phẩm nhiều hơn một chút đã bị quét đi và loại bỏ khi quét, từ đó làm giảm độ dày của lớp phủ, và kết quả là, khả năng chịu mài mòn kém đi một chút. Mặt khác, theo các ví dụ so sánh ở bảng 2, nhận thấy rằng các ví dụ so sánh 1, 4 và 5 sử dụng các vật liệu làm (B), ví dụ, khác với các vật liệu theo sáng chế có độ ổn định bảo quản không đủ. Ví dụ so sánh 2 sử dụng các vật liệu (B) và (C) khác với các vật liệu theo sáng chế đều kém không chỉ ở độ ổn định bảo quản mà còn ở tính kỵ nước và đặc tính trượt nước. Ví dụ so sánh 3 sử dụng vật liệu làm (C) có điểm sôi nằm ngoài khoảng theo sáng chế có khả năng gia công không thích hợp. Ví dụ so sánh 6 sử dụng các vật liệu làm (A) và (B) khác với các vật liệu theo sáng chế đều không tốt ở tất cả các đặc tính. Đối với các ví dụ so sánh 7 và 8 trong đó các thành phần (A), (B) và (C)

ở tỷ lệ khối lượng nằm ngoài khoảng cụ thể theo sáng chế, nhận thấy rằng không thể tạo ra độ dày màng phù hợp do nồng độ các thành phần thấp, các ví dụ so sánh đều thể hiện khả năng chịu mài mòn kém, và các đặc tính chẳng hạn như tính kỵ nước và đặc tính trượt nước cũng không tốt. Như đã mô tả ở trên, nhận thấy rằng, trừ khi chế phẩm chứa tất cả các thành phần định trước theo sáng chế, một hoặc nhiều đặc tính nêu trên đều không tốt, do đó chế phẩm không thích hợp để tạo lớp phủ.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Trong chế phẩm hóa cứng được theo sáng chế, lớp phủ hóa cứng có tính kỵ nước, đặc tính trượt nước và khả năng chịu mài mòn tốt cũng như khả năng gia công và độ ổn định bảo quản tốt. Theo đó, chế phẩm hữu ích để tạo lớp phủ mỏng có các đặc tính bảo vệ chẳng hạn như tính kỵ nước, đặc tính trượt nước và bền lên bề mặt kim loại, bề mặt đã sơn, bề mặt nhựa hoặc bề mặt tương tự của thân xe ô tô và toa tàu.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm hóa cứng được bao gồm:

(A) 100 phần khối lượng nhựa silicon có độ nhớt từ 50 đến 500 mm²s⁻¹ ở 25°C và có nhóm hoạt động có khả năng thủy phân;

(B) từ 1,0 đến 30 phần khối lượng chất xúc tác gốc nhôm cho phản ứng ngưng tụ; và

(C) từ 600 đến 1700 phần khối lượng dung môi hữu cơ chứa 40% hoặc lớn hơn theo khối lượng hợp chất hydrocacbon naphten và trong số các thành phần này, điểm sôi (khoảng nhiệt độ từ điểm sôi ban đầu đến điểm khô khi điểm sôi không phải là một nhiệt độ) nằm trong khoảng từ 140 đến 200°C.

2. Chế phẩm hóa cứng được theo điểm 1, trong đó điểm sôi của (C) nằm trong khoảng từ 142 đến 175°C, và độ chênh lệch nhiệt độ giữa điểm sôi ban đầu và điểm khô trong phạm vi 20°C.

3. Chế phẩm hóa cứng được theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chế phẩm hóa cứng được tạo thành lớp phủ lên bề mặt của tấm thép hoặc tấm thép đã sơn.

4. Chế phẩm hóa cứng được theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chế phẩm hóa cứng được tạo thành lớp phủ lên bề mặt của thân xe ô tô.

5. Phương pháp tạo lớp phủ bao gồm các bước: phủ chế phẩm hóa cứng được theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4 lên bề mặt của thân xe ô tô; làm bay hơi (C) trong môi trường nhiệt độ thường hoặc môi trường gia nhiệt; và sau đó quét khô, hoặc quét ướt sau đó quét khô bề mặt.

6. Lớp phủ hóa cứng được tạo ra theo phương pháp tạo lớp phủ theo điểm 5.