



(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)



1-0032910

(51)⁷ C09D 167/00; B05D 7/24; B32B 15/09; (13) B
C09D 7/12; C09D 161/06; C09D 161/20;
B05D 7/14; B65D 25/14

(21) 1-2014-04395

(22) 27/05/2013

(86) PCT/JP2013/064659 27/05/2013

(87) WO/2013/180067 05/12/2013

(30) 2012-124819 31/05/2012 JP

(45) 25/08/2022 413

(43) 25/03/2015 324A

(73) 1. TOYO SEIKAN GROUP HOLDINGS, LTD. (JP)

18-1, Higashi-Gotanda 2-chome, Shinagawa-ku, Tokyo 141-8627, Japan

2. VALSPAR ROCK CO., LTD. (JP)

5F, Rock Paint Building, 2-37-2, Minamisuna, Koto-ku, Tokyo 1360076, Japan

(72) TAKAGI, Naoyuki (JP); KANZAKI, Keizou (JP); SANO, Nobuaki (JP); ARAI, Mayumi (JP).

(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Thảo Thọ Quyền (INVENCO.,LTD)

(54) CHẾ PHẨM PHỦ, TẤM KIM LOẠI ĐƯỢC PHỦ, ĐỒ CHỨA BẰNG KIM LOẠI VÀ NẮP KIM LOẠI ĐƯỢC PHỦ CHẾ PHẨM PHỦ NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm phủ polyeste được dùng để sản xuất màng phủ của tấm kim loại phủ, đồ chứa bằng kim loại, nắp bằng kim loại, v.v.. Chế phẩm phủ này có chất liên kết ngang và chất xúc tác lưu hóa được bổ sung vào hỗn hợp nhựa polyeste gồm hỗn hợp của nhựa polyeste (A) có chỉ số axit nằm trong khoảng từ 2 đến 50 mg KOH/g và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (Tg) nằm trong khoảng từ 35 đến 100°C và nhựa polyeste (B) có chỉ số axit nằm trong khoảng từ 0 đến 50 mg KOH/g và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (Tg) nằm trong khoảng từ -20 đến 25°C. Do đó, có thể tạo ra chế phẩm phủ hoàn hảo về độ bền chống giòn theo thời gian, độ bền chống ăn mòn, độ bền chống xước, độ bền chống cắt, và khả năng chống kết khối.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm phủ dựa trên nền polyeste. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chế phẩm phủ dựa trên nền polyeste hoàn hảo về độ bền chống giòn theo thời gian, khả năng gia công, độ bền chống ăn mòn, độ bền chống xước, độ bền chưng cất, và khả năng chống kết khối, và tấm kim loại được phủ, nắp bằng kim loại, và đồ chứa bằng kim loại, mỗi loại được phủ bằng chế phẩm phủ.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Màng phủ hữu cơ để bảo vệ đồ chứa bằng kim loại hoặc nắp bằng kim loại ngăn sự ăn mòn nền kim loại do chất chứa bên trong, v.v.. Hơn nữa, đồ chứa bằng kim loại trải qua quá trình gia công như xử lý làm thất lại, xử lý gấp nếp, hoặc hàn nắp. Nắp bằng kim loại có đầu giật nắp (sau đây có thể được gọi là "EOE") còn được gia công thô như khắc hoặc tán đinh. Do đó, độ bền chống ăn mòn và khả năng gia công hoàn hảo được yêu cầu đối với chế phẩm phủ được dùng cho đồ chứa bằng kim loại hoặc nắp bằng kim loại.

Để thỏa mãn các yêu cầu nêu trên, các chế phẩm phủ dựa trên nền polyeste khác nhau đã được đề xuất.

Ví dụ, tài liệu sáng chế 1 được chỉ ra sau đây đề xuất chế phẩm phủ chứa nhựa polyeste chứa nhóm hydroxyl, chất liên kết ngang nhựa phenolic đặc hiệu, và chất xúc tác axit được trộn với lượng xác định trước. Chế phẩm phủ này được mô tả là có khả năng tạo ra màng phủ mà có sự cân bằng tốt giữa khả năng gia công và độ cứng, và là hoàn hảo về độ bám dính, khả năng lưu hóa, vệ sinh và khả năng chịu nước sôi. Các tài liệu sáng chế 2 và 3 được thể hiện dưới đây mô tả chế phẩm nhựa phủ được điều chế bằng cách sử dụng nhựa polyeste chứa các phân tử có nhóm carboxyl treo được bổ sung vào

mạch phân tử. Chế phẩm nhựa chứa nước trong Tài liệu sáng chế 2 được mô tả là hoàn hảo về khả năng lưu hóa, khả năng gia công, độ bền chung cất, vệ sinh, khả năng phủ phun và độ phân tán trong nước, trong khi chế phẩm nhựa phủ trong Tài liệu sáng chế 3 được mô tả là đặc biệt tốt về độ bám dính với bề mặt kim loại và đạt được khả năng gia công cao và độ bền chống ăn mòn cao.

Ngoài ra, chế phẩm phủ dựa trên nền polyeste liên quan đến vấn đề đặc trưng là khả năng gia công màng sau khi phủ giảm theo thời gian trong quá trình bảo quản.

Tài liệu sáng chế 4 được chỉ ra dưới đây đề xuất chế phẩm nhựa polyeste chứa nhựa polyeste có T_g thấp và chất liên kết ngang, nhựa polyeste gồm chủ yếu là 2-metyl-1,3-propandiol, 1,4-butandiol và 1,4-xyclohexandimetanol làm thành phần rượu đa chức. Chế phẩm nhựa polyeste được mô tả là có khả năng gia công, độ bền chung cất, các đặc tính mùi vị, tính bền đối với chất chứa bên trong, tính bền đục, và tính bền lưu huỳnh. Chế phẩm nhựa polyeste còn được mô tả là có khả năng gia công cao và tính bền đục cần thiết cho việc phủ bề mặt bên trong đối với EOE, và có thể tránh được sự suy giảm khả năng gia công theo thời gian. Tài liệu sáng chế 5 đề xuất chế phẩm phủ với nhựa polyeste polyme được phân nhánh vừa phải và chứa thành phần rượu diaxit bất đối xứng theo chiều dọc. Chế phẩm phủ này được mô tả là không bị giảm khả năng gia công của màng được phủ theo thời gian, và là hoàn hảo về độ bám dính vào vật liệu và có sự cân bằng tốt giữa độ cứng và khả năng gia công.

Tài liệu sáng chế 4 mô tả rằng nhựa polyeste được ưu tiên có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) nằm trong khoảng từ 20 đến 50°C, trong khi Tài liệu sáng chế 5 không đề cập đến nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh.

Tài liệu sáng chế 6 mô tả chế phẩm phủ dùng cho lon đựng thực phẩm và đồ uống, chế phẩm này chứa một hoặc nhiều nhựa polyester, trong đó ít nhất một nhựa polyester có T_g nhỏ hơn 50°C và chất liên kết ngang.

Các tài liệu viện dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP-A-2001-131470

Tài liệu sáng chế 2: JP-A-2003-89746

Tài liệu sáng chế 3: JP-A-2003-213201

Tài liệu sáng chế 4: JP-A-2004-346131

Tài liệu sáng chế 5: JP-A-2002-201411

Tài liệu sáng chế 6: EP 2 128 209 A1

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Việc làm giảm nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (Tg) như trong chế phẩm phủ trong Tài liệu sáng chế 4 làm giảm sự suy giảm khả năng gia công theo thời gian (hóa giòn theo thời gian) của màng sau khi phủ, và cải thiện khả năng gia công của nó. Tuy nhiên, sự làm giảm không đáng kể nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh không thành công trong việc thỏa mãn đầy đủ tất cả các đặc tính chức năng của màng phủ được yêu cầu cho đồ chứa bằng kim loại hoặc nắp bằng kim loại, như độ bền chống ăn mòn, độ bền chống xước, khả năng chống kết khối, và độ bền chung cất. Do đó, chế phẩm phủ chỉ với Tg giảm như vậy không thỏa mãn đầy đủ làm chế phẩm phủ có thể sử dụng cho đồ chứa bằng kim loại hoặc nắp bằng kim loại (Ví dụ so sánh 13 và 14).

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm phủ mà tạo ra màng phủ được cải thiện thêm về độ bền chống giòn theo thời gian và hoàn hảo về tất cả các đặc tính chức năng của màng phủ như khả năng gia công, độ bền chống ăn mòn, độ bền chống xước, khả năng chống kết khối, và độ bền chung cất.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất tấm kim loại được phủ có các đặc tính chức năng màng phủ hoàn hảo và tốt hơn là có thể dùng để tạo ra đồ

chứa bằng kim loại hoặc nắp bằng kim loại.

Mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất đồ chứa bằng kim loại hoặc nắp bằng kim loại hoàn hảo về độ bền chống ăn mòn và độ bền chung cất.

Cách giải quyết vấn đề

Sáng chế đề xuất chế phẩm phủ chứa chất liên kết ngang và chất xúc tác lưu hóa kết hợp với hỗn hợp nhựa polyeste gồm hỗn hợp của nhựa polyeste (A) có chỉ số axit nằm trong khoảng từ 2 đến 50 mg KOH/g và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) nằm trong khoảng từ 35 đến 100°C được đo ở tốc độ tăng nhiệt độ là 20°C/phút bằng cách sử dụng thiết bị đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân (differential scanning calorimeter-DSC) và nhựa polyeste (B) có chỉ số axit nằm trong khoảng từ 0 đến 50 mg KOH/g và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) nằm trong khoảng từ -20 đến 25°C được đo ở tốc độ tăng nhiệt độ là 20°C/phút bằng cách sử dụng thiết bị đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân (differential scanning calorimeter-DSC), trong đó nhựa polyeste (A) là nhựa polyeste được tạo ra với chỉ số axit của nhựa nhờ phản ứng cộng mở vòng của hợp chất có một hoặc nhiều cấu trúc anhydrit của axit carboxylic trong phân tử.

Trong chế phẩm phủ theo sáng chế, các dấu hiệu sau được ưu tiên:

1. Tỷ lệ khối lượng giữa nhựa polyeste (A) và nhựa polyeste (B) là (A):(B)=99:1 đến 50:50;
2. Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_{gmix}) của hỗn hợp nhựa polyeste tính toán được từ phương trình (1) sau là 35°C hoặc lớn hơn

$$1/T_{gmix} = W_a/T_{ga} + W_b/T_{gb} \dots (1)$$

trong đó T_{gmix} là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (K) của hỗn hợp nhựa polyeste, T_{ga} là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (K) của nhựa polyeste (A) được đo ở tốc độ tăng nhiệt độ là 20°C/phút bằng cách sử dụng thiết bị đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân (differential scanning calorimeter-DSC), T_{gb} là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (K) của nhựa polyeste (B) được đo ở tốc

độ tăng nhiệt độ là $20^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ bằng cách sử dụng thiết bị đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân (differential scanning calorimeter-DSC), W_a là phần khối lượng của nhựa polyeste (A) so với tổng khối lượng của nhựa polyeste (A) và nhựa polyeste B, và W_b là phần khối lượng của nhựa polyeste (B) so với tổng khối lượng của nhựa polyeste (A) và nhựa polyeste B;

3. Chất liên kết ngang chứa nhựa phenolic loại resol và/hoặc nhựa amino, và được bổ sung vào với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng hàm lượng chất rắn nhựa của nhựa polyeste (A) và (B); và

4. Chất xúc tác lưu hóa được bổ sung vào với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3,0 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng tổng hàm lượng chất rắn nhựa.

Theo sáng chế, tấm kim loại được phủ bằng chế phẩm phủ nêu trên cũng được đề xuất.

Tốt hơn, nếu tấm kim loại được phủ theo sáng chế có chế phẩm phủ được nung cuộn.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất đồ chứa bằng kim loại hoặc nắp bằng kim loại có màng phủ chứa chế phẩm phủ.

Tác dụng của sáng chế

Nguyên nhân hóa giòn theo thời gian, một trong các vấn đề phải được giải quyết bởi chế phẩm phủ theo sáng chế, đã không được giải thích chính xác, nhưng được các tác giả sáng chế giả định là như sau:

Sự hồi phục entanpy bắt đầu trong màng phủ ngay sau khi lưu hóa, và tiếp diễn theo thời gian để gây ra sự định hướng lại phân tử (sự thay đổi trạng thái cân bằng). Do đó, màng phủ có thể giòn, và khả năng gia công của nó có thể giảm. Để ngăn hiện tượng hóa giòn theo thời gian, hai phương pháp có thể hiểu được. Một trong các phương pháp là làm tăng mật độ liên kết ngang của màng phủ được lưu hóa để làm giảm sự chuyển động phân tử, nhờ đó giảm sự hồi phục entanpy. Phương pháp còn lại là duy trì sự chuyển động

phân tử (giữ trạng thái không cân bằng) ngay cả ở nhiệt độ bảo quản theo thời gian, do đó không tạo ra sự hồi phục entanpy.

Tuy nhiên, với phương pháp trước, màng phủ được lưu hóa không thể đạt được khả năng gia công thích hợp từ giai đoạn ban đầu trở đi. Với phương pháp sau, sự hóa giòn theo thời gian của màng phủ được lưu hóa có thể bị ngăn cản, nhưng độ bền chống ăn mòn đối với chất chứa bên trong, độ bền chống xước trong khi chế tạo, khả năng chống kết khối của tấm kim loại được phủ, và độ bền chung cất tại thời điểm khử trùng là không đủ. Do đó, cả hai phương pháp được nhận thấy là không thành công trong việc thu được tính năng của màng phủ đầy đủ để ứng dụng thực tế.

So với tình trạng kỹ thuật nêu trên, nhựa polyeste (A) để làm tăng mật độ liên kết ngang, có thể ngăn sự chuyển động phân tử để ức chế sự hồi phục entanpy là nguyên nhân của sự hóa giòn theo thời gian, và nhựa polyeste (B) với Tg thấp có khả năng giữ sự chuyển động phân tử ngay cả ở nhiệt độ bảo quản theo thời gian của màng phủ được lưu hóa được sử dụng kết hợp với chế phẩm phủ theo sáng chế. Điều này dẫn đến là chế phẩm phủ theo sáng chế có thể tạo ra màng phủ hoàn hảo về tất cả các đặc tính chức năng của màng phủ, như độ bền chống giòn theo thời gian, khả năng gia công, độ bền chống ăn mòn, độ bền chống xước, khả năng chống kết khối, và độ bền chung cất.

Tấm kim loại được phủ thu được bằng cách phủ chế phẩm phủ theo sáng chế có đặc tính chức năng của màng phủ hoàn hảo nêu trên, và có thể được dùng thích hợp cho đồ chứa bằng kim loại hoặc nắp bằng kim loại.

Ngoài ra, đồ chứa bằng kim loại và nắp bằng kim loại theo sáng chế có độ bền chống ăn mòn và độ bền chung cất tốt.

Các tác dụng nêu trên của sáng chế là rõ ràng từ phần Ví dụ được mô tả dưới đây.

Tức là, tấm kim loại được phủ và nắp bằng kim loại được tạo ra bằng cách sử dụng chế phẩm phủ theo sáng chế là hoàn hảo về cả khả năng gia

công ban đầu sau khi tạo ra và khả năng gia công sau một khoảng thời gian, và hoàn hảo về tất cả độ bền chống ăn mòn, độ bền chung cắt, khả năng chống kết khối và độ bền chống xước (Ví dụ 1 đến 20). Mặt khác, sự không thỏa mãn yêu cầu bất kỳ trong số các yêu cầu theo sáng chế được cho là không thành công trong việc thỏa mãn tất cả các đặc tính chức năng của màng phủ này (Ví dụ so sánh 1 đến 14).

Trong các Ví dụ và Ví dụ so sánh, việc đánh giá được thực hiện chỉ ở nắp bằng kim loại vì những lý do sau: Nắp bằng kim loại được tạo ra bằng cách gia công tấm kim loại được phủ. Mặt khác, đồ chứa bằng kim loại được phủ được tạo ra bằng cách đúc đồ chứa, và sau đó phủ đồ chứa này. Như lưu ý ở đây, mức độ gia công là cao hơn đối với màng phủ trên nắp bằng kim loại đã được phủ. Do đó, nếu thu được kết quả đánh giá thỏa mãn đối với nắp bằng kim loại, thì cũng có thể kết luận rằng cũng thu được kết quả đánh giá thỏa mãn đối với đồ chứa bằng kim loại. Do đó, việc đánh giá chỉ được thực hiện ở nắp bằng kim loại.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm phủ theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

[Nhựa polyeste (A)]

Nhựa polyeste (A) được dùng cho chế phẩm phủ theo sáng chế không bị giới hạn và nhựa polyeste bất kỳ chứa các thành phần axit carboxylic khác nhau và các thành phần rượu có thể được sử dụng, miễn là chỉ số axit của nó nằm trong khoảng từ 2 đến 50 mg KOH/g, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 5 đến 30 mg KOH/g, và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của nó (T_g) nằm trong khoảng từ 35 đến 100°C, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 50 đến 90°C, và chỉ số axit được đề xuất dưới dạng kết quả của phản ứng cộng mở vòng của hợp chất có một hoặc nhiều cấu trúc anhydride carboxylic trong phân tử.

Quan trọng là chỉ số axit của nhựa polyeste (A) theo sáng chế nằm trong khoảng nêu trên, nhờ đó độ bám dính với nền kim loại tăng, và khả

năng gia công được tăng cường. Cụ thể là, việc tăng độ bám dính với nền làm cho các chất gây mòn (muối và axit) khó ảnh hưởng đến kim loại, nên tạo ra độ bền chống ăn mòn hoàn hảo. Mật độ liên kết ngang cũng tăng, góp phần ức chế sự giòn theo thời gian của màng phủ đã được lưu hóa do sự hồi phục entanpy. Nếu chỉ số axit nằm dưới khoảng nêu trên, không đạt được độ bám dính vào nền đủ, và có thể khó đạt được cả khả năng gia công và độ bền chống ăn mòn. Hơn nữa, mật độ liên kết ngang tăng tối thiểu, và tác dụng ngăn sự giòn theo thời gian của màng phủ lưu hóa có thể không đủ. Nếu chỉ số axit nằm trên khoảng nêu trên, thì tính chịu nước của màng phủ có thể giảm.

Nếu nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) của nhựa polyeste (A) thấp hơn khoảng nêu trên, thì khả năng chống kết khối có thể kém. Mặt khác, nếu T_g lớn hơn khoảng nêu trên, thì độ hòa tan của chế phẩm phủ trong dung môi có thể kém.

Làm thành phần axit carboxylic được dùng trong nhựa polyeste (A), có thể là các axit dicarboxylic thơm như axit terephthalic, axit isophthalic, axit orthophthalic và axit naphthalendicarboxylic; axit dicarboxylic béo như axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit azelaic, axit sebacic, axit dodecandioic và axit dime; axit dicarboxylic không no như axit maleic (anhydrit), axit fumaric, anhydrit dodecenyl succinic và sản phẩm cộng của axit terpene-maleic; axit dicarboxylic vòng béo như axit 1,4-cyclohexandicarboxylic, axit tetrahydrophthalic, axit hexahydroisophthalic, và axit 1,2-cyclohexendicarboxylic; axit carboxylic hóa trị ba hoặc hóa trị cao hơn như axit trimellitic (anhydrit), axit pyromellitic (anhydrit) và axit methylcyclohexenetetracarboxylic; và axit monocarboxylic như axit 4,4-bis(4'-hydroxyphenyl)-pentanoic, axit 4-mono(4'-hydroxyphenyl)-pentanoic, và axit p-hydroxybenzoic. Một hoặc nhiều trong số các axit carboxylic này có thể được chọn tùy ý và được dùng.

Ví dụ về thành phần rượu được dùng trong nhựa polyeste (A) là

glycol béo như etylen glycol, propylen glycol (1,2-propandiol), 1,3-propandiol, 1,4-butandiol, 1,2-butandiol, 1,3-butandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, neopentyl glycol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 3-metyl-1,5-pentandiol, 2-etyl-2-butyl-1,3-propandiol, 2,4-dietyl-1,5-pentandiol, 1-metyl-1,8-octandiol, 3-metyl-1,6-hexandiol, 4-metyl-1,7-heptandiol, 4-metyl-1,8-octandiol, 4-propyl-1,8-octandiol, và 1,9-nonandiol; ete glycol như dietylen glycol, trietylen glycol, polyetylen glycol, polypropylen glycol, và polytetrametylen glycol; rượu đa chức vòng béo như 1,4-xyclohexandimetanol, 1,3-xyclohexandimetanol, 1,2-xyclohexandimetanol, trixyclodecan glycol, và bisphenol hydro hóa; và rượu đa chức hóa trị ba hoặc hóa trị cao hơn như trimetylolpropan, trimetyloletan, và pentaerythritol. Một hoặc nhiều trong số các rượu này có thể được chọn tùy ý và được dùng.

Trong nhựa polyeste (A) được dùng theo sáng chế, mật độ liên kết ngang của màng phủ sẽ được tăng để ngăn sự di chuyển phân tử, nhờ đó ngăn sự hồi phục entanpy mà là nguyên nhân của hiện tượng giòn theo thời gian. Từ quan điểm này, đặc biệt ưu tiên phân tử có nhóm carboxyl được đưa vào ở trạng thái treo trong mạch phân tử có thể có trong polyeste (A).

Ví dụ về phương pháp thu được polyeste này là, nhưng không chỉ giới hạn ở, phản ứng cộng mở vòng của hợp chất có một hoặc nhiều nhóm anhydrit carboxylic trong phân tử, phản ứng được mô tả trong JP-A-2003-213201.

Khi tổng hàm lượng của anhydrit carboxylic được dùng cho phản ứng cộng mở vòng là 100% mol, ưu tiên 10% mol hoặc nhiều hơn anhydrit carboxylic được sử dụng là hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm anhydrit carboxylic trong phân tử.

Hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm anhydrit carboxylic trong phân tử có khả năng đưa nhóm carboxyl vào mạch phân tử nhựa, cũng như vào đầu tận cùng của nhựa polyeste, để cải biến. Bằng cách đưa nhóm carboxyl vào mạch phân tử nhựa để cải biến, có thể tạo ra chỉ số axit bất chấp khối lượng

phân tử. Ngoài ra, có lẽ do khối lượng phân tử thấp giữa các nhóm carboxyl, độ bám dính vào nền được tăng cường thêm, sao cho có thể thu được màng phủ với độ bền chống ăn mòn cao hơn nữa.

Các phương pháp điều chế bằng các kỹ thuật đã biết có thể được dùng cho phản ứng cộng mở vòng hợp chất có một hoặc nhiều cấu trúc anhydrit carboxylic trong phân tử và, như được mô tả trong JP-A-2003-213201 nêu trên, các phương pháp sau được lấy làm ví dụ: (1) phương pháp bao gồm bổ sung lượng cần thiết của anhydrit carboxylic khi nhựa polyeste trước khi bổ sung anhydrit carboxylic ở trạng thái nóng chảy (150 đến 280°C) ngay sau khi đạt tới khối lượng phân tử đích ($M_n = 3.000$ đến 100.000); (2) phương pháp bao gồm bổ sung anhydrit carboxylic khi nhựa polyeste có khối lượng phân tử ($M_n < 3.000$) nhỏ hơn khối lượng phân tử đích, tiếp đó tăng khối lượng phân tử đến giá trị đích dưới môi trường nitơ; và (3) phương pháp bao gồm trộn nhựa polyeste không có axit được bổ sung vào đó và anhydrit carboxylic trong máy đun nóng chảy, sau đó làm nóng chảy từng mẻ hỗn hợp, và phản ứng cộng axit với hệ này.

Ví dụ về hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm anhydrit carboxylic trong phân tử là anhydrit pyromelitic, dianhydrit 1,2,3,4-butanetetracarboxylic, dianhydrit 1,2,3,4-pentantetracarboxylic, dianhydrit 3,4,3',4'-benzophenonetetracarboxylic, dianhydrit xyclopentantetracarboxylic, dianhydrit 2,3,6,7-naphtalentetracarboxylic, dianhydrit 1,2,5,6-naphtalentetracarboxylic, etylen glycol bistrimelitat dianhydrit, dianhydrit 2,3,2',3'-diphenyltetracarboxylic, dianhydrit thiophen-2,3,4,5-tetracarboxylic, dianhydrit etylen tetracarboxylic, dianhydrit 4,4'-oxydiphtalic, và anhydrit 5-(2,5-dioxotetrahydro-3-furanyl)-3-metyl-3-xyclohexen-1,2-dicarboxylic. Một hoặc nhiều trong số các hợp chất này có thể được chọn và được sử dụng. Trong đó, etylen glycol bistrimelitat dianhydrit được ưu tiên từ các khía cạnh về năng suất, khả năng chống chịu thời tiết và dễ kiểm soát phản ứng.

Ví dụ về hợp chất monoanhydrit của axit carboxylic mà có thể được

sử dụng kết hợp với hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm anhydrit carboxylic trong phân tử là monoanhydrit như anhydrit phtalic, anhydrit maleic, anhydrit succinic, anhydrit maleic, anhydrit trimelitic, anhydrit itaconic và anhydrit xitraconic; anhydrit hexahydrophthalic; và anhydrit tetrahydrophthalic. Một hoặc kết hợp hai hoặc nhiều trong số chúng có thể được chọn và sử dụng. Từ quan điểm tính linh động, anhydrit phtalic và anhydrit trimelitic được ưu tiên.

Khối lượng phân tử trung bình số của nhựa polyeste (A) được dùng theo sáng chế nằm trong khoảng từ 3.000 đến 100.000, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8.000 đến 50.000, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10.000 đến 30.000. Nếu khối lượng phân tử trung bình số nhỏ hơn 3.000, màng phủ thu được có thể trở nên giòn, dẫn đến khả năng gia công kém. Mặt khác, nếu khối lượng phân tử trung bình số lớn hơn 100.000, thì hiệu suất phủ có thể thấp.

[Nhựa polyeste (B)]

Nhựa polyeste (B) được dùng cho chế phẩm phủ theo sáng chế không bị giới hạn và nhựa polyeste bất kỳ chứa các thành phần axit carboxylic và các thành phần rượu có thể được sử dụng, miễn là chỉ số axit của nó nằm trong khoảng từ 0 đến 50 mg KOH/g, đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0 đến 20 mg KOH/g, và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của nó (T_g) nằm trong khoảng từ -20 đến 25°C , đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0 đến 15°C . Quan trọng là chỉ số axit nằm trong khoảng nêu trên. Nếu chỉ số axit lớn hơn khoảng nêu trên, tính chịu nước của màng phủ có thể bị giảm. Cũng quan trọng là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) phải nằm trong khoảng nêu trên. Nếu T_g lớn hơn khoảng nêu trên, sẽ không thu được độ bền chống giòn đủ theo thời gian. Nếu T_g nhỏ hơn khoảng nêu trên, độ bền chống ăn mòn, khả năng chống kết khối và độ bền chung cát có thể không đủ.

Thành phần axit carboxylic và thành phần rượu được minh họa cho nhựa polyeste (A) có thể được sử dụng làm thành phần axit carboxylic và thành phần rượu.

Tốt hơn, nếu nhựa polyeste (B) theo sáng chế chứa 2-metyl-1,3-

propandiol, 1,4-butandiol, và 1,4-xyclohexandimetanol trong số các thành phần rượu nêu trên.

Trong trường hợp nhựa polyeste (A), khối lượng phân tử trung bình số của nhựa polyeste (B) được dùng theo sáng chế nằm trong khoảng từ 3.000 đến 100.000, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 8.000 đến 50.000, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10.000 đến 30.000. Nếu khối lượng phân tử trung bình số của nhựa polyeste nhỏ hơn 3.000, màng phủ thu được có thể trở nên giòn, dẫn đến khả năng gia công kém. Nếu khối lượng phân tử trung bình số lớn hơn 100.000, hiệu suất phủ có thể bị giảm.

Nhựa polyeste (B) có thể được chọn, nếu thích hợp, từ trong số các nhựa polyeste có sẵn trên thị trường. Ví dụ, chúng bao gồm Vylon 300 (do TOYOBO CO., LTD. sản xuất, khối lượng phân tử (Mn) 23.000, chỉ số axit 2 hoặc nhỏ hơn, Tg 7°C), Vylon 516 (do TOYOBO CO., LTD. sản xuất, khối lượng phân tử (Mn) 30.000, chỉ số axit 2 hoặc nhỏ hơn, Tg -17°C), Vylon 560 (do TOYOBO CO., LTD. sản xuất, khối lượng phân tử (Mn) 19.000, chỉ số axit 2 hoặc nhỏ hơn, Tg 7°C), Vylon 630 (do TOYOBO CO., LTD. sản xuất, khối lượng phân tử (Mn) 23.000, chỉ số axit 2 hoặc nhỏ hơn, Tg 7°C), Vylon GK180 (do TOYOBO CO., LTD. sản xuất, khối lượng phân tử (Mn) 10.000, chỉ số axit 5, Tg 0°C), Vylon GK330 (do TOYOBO CO., LTD. sản xuất, khối lượng phân tử (Mn) 17.000, chỉ số axit 2 hoặc nhỏ hơn, Tg 16°C), và Eritel UE-3223 (UNITIKA, LTD., khối lượng phân tử (Mn) 21.000, chỉ số axit 1, Tg 1°C).

[Chất liên kết ngang]

Theo sáng chế, ưu tiên sử dụng nhựa phenolic loại resol và/hoặc nhựa amino làm chất liên kết ngang.

Đối với nhựa phenolic loại resol, ví dụ về monome phenol bao gồm o-cresol, p-cresol, p-tert-butylphenol, p-etylphenol, 2,3-xylenol, 2,5-xylenol, phenol, m-cresol, m-etylphenol, 3,5-xylenol, và m-metoxyphenol. Chúng có thể được sử dụng một mình hoặc kết hợp với hai hoặc nhiều loại. Phenol

monome và formaldehyt được cho phản ứng với sự có mặt của chất xúc tác kiềm để tạo ra nhựa phenolic loại resol. Nhựa phenolic loại resol trong đó một vài hoặc tất cả các nhóm metylol có trong đó đã được ete hóa bằng rượu có 1 đến 12 nguyên tử cacbon cũng có thể được sử dụng. Trong số đó, ưu tiên nhựa m-cresol. Ví dụ, các sản phẩm có sẵn trên thị trường như nhựa SUMILIT PR-53893A (hàm lượng chất rắn 50%) do Sumitomo Durez Co., Ltd. sản xuất và CKS-3898 (hàm lượng chất rắn 50%) của Showa Denko K.K. có thể được sử dụng.

Nhựa ure, nhựa melamin, và nhựa benzoguanamin, có thể được sử dụng làm nhựa amino, chẳng hạn. Ví dụ cụ thể là nhựa ure được metyl hóa, nhựa ure được ete hóa bằng metyl, nhựa ure được ete hóa bằng butyl, nhựa ure được ete hóa được trộn với metyl ete-butylete; nhựa melamin như nhựa melamin được metylolat hóa, nhựa melamin được ete hóa bằng metyl, nhựa melamin được ete hóa bằng butyl, và nhựa melamin được ete hóa được trộn với metyl ete-butyl ete; nhựa benzoguanamin được metylolat hóa, nhựa benzoguanamin được ete hóa bằng metyl, nhựa benzoguanamin được ete hóa bằng butyl, và nhựa benzoguanamin được ete hóa được trộn với metyl ete-butyl ete.

Ví dụ, làm sản phẩm có sẵn trên thị trường, có thể sử dụng Cymel 303 (hàm lượng chất rắn 100%), Cymel 235 (hàm lượng chất rắn 100%), Mycoat 506 (hàm lượng chất rắn 100%), Cymel 1123 (hàm lượng chất rắn 100%), UFR 65 (hàm lượng chất rắn 100%), và UFR 300 (hàm lượng chất rắn 60%) do Nihon Cytec Industries Inc sản xuất.

[Chất xúc tác lưu hóa]

Bằng cách sử dụng chất xúc tác lưu hóa theo sáng chế, phản ứng liên kết ngang có thể được tăng tốc, và việc liên kết ngang dày đặc hơn có thể được thực hiện hữu hiệu trong thời gian ngắn ở nhiệt độ thấp.

Hợp chất axit sulfonic hữu cơ như axit p-toluensulfonic, axit dodecylbenzensulfonic, và axit camphorsulfonic, hợp chất được trung hòa

bằng amin của chúng, hợp chất phosphat, v.v. có thể được sử dụng làm chất xúc tác lưu hóa.

Trong số các sản phẩm trên thị trường, có thể sử dụng NACURE4054J (axit phosphoric, do King Industries, Inc. sản xuất), NACURE5076 (axit dodecylbenzensulfonic, do King Industries, Inc. sản xuất), Cycat 4040 (axit sulfonic thơm, do Nihon Cytec Industries Inc. sản xuất), Cycat 4050 (axit sulfonic thơm được chặn amin, do Nihon Cytec Industries Inc. sản xuất), Cycat 600 (axit sulfonic thơm, do Nihon Cytec Industries Inc. sản xuất), và Cycat 602 (axit sulfonic thơm được chặn amin, do Nihon Cytec Industries Inc. sản xuất) chẳng hạn.

[Chế phẩm phủ]

Chế phẩm phủ theo sáng chế thu được bằng cách bổ sung chất liên kết ngang và chất xúc tác lưu hóa vào hỗn hợp nhựa polyeste gồm nhựa polyeste (A) và nhựa polyeste (B) nêu trên.

Tỷ lệ trộn, ở dạng tỷ lệ khối lượng, của nhựa polyeste (A) và nhựa polyeste (B) tốt hơn là nằm trong khoảng (A):(B)=99:1-50:50, cụ thể là 98:2-70:30. Nếu tỷ lệ của nhựa polyeste (B) với Tg thấp là nhỏ hơn 1, thì xảy ra sự giảm rõ rệt độ bền chống giòn theo thời gian, và khả năng gia công ban đầu của tấm phủ không thể được duy trì theo thời gian. Nếu tỷ lệ của nhựa polyeste (B) lớn hơn 50, khả năng chống kết khối trở nên quá thấp đến mức không thể ứng dụng thực tế.

Hơn nữa, trong chế phẩm phủ theo sáng chế, mong muốn rằng nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của hỗn hợp nhựa polyeste gồm nhựa polyeste (A) và nhựa polyeste (B), được tính toán từ phương trình (1) nêu trên, là 35°C hoặc lớn hơn, cụ thể là nằm trong khoảng từ 40 đến 80°C. Nếu Tg nhỏ hơn khoảng nêu trên, thì khả năng chống kết khối trở nên kém. Khi chế phẩm phủ được sử dụng làm lớp phủ bề mặt bên trong của lon, tốt hơn nếu Tg là 40°C hoặc lớn hơn vì yêu cầu về đặc tính mùi vị. Từ quan điểm về độ hòa tan của chế phẩm phủ trong dung môi, giới hạn trên được ưu tiên của Tg là 80°C

hoặc nhỏ hơn.

Tốt hơn, nếu tỷ lệ chất liên kết ngang nằm trong khoảng từ 1 đến 30 phần khối lượng, đặc biệt là từ 5 đến 20 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của hàm lượng nhựa của hỗn hợp nhựa polyeste thu được bằng cách trộn nhựa polyeste (A) và nhựa polyeste (B). Nếu lượng chất liên kết ngang được bổ sung nhỏ hơn 1 phần khối lượng, thì khả năng lưu hóa trở nên không đầy đủ, và độ bền chống giòn theo thời gian, khả năng gia công, độ bền đối với chất chứa bên trong, độ bền chung cấu, và khả năng chống kết khối có thể kém. Nếu lượng được bổ sung lớn hơn 30 phần khối lượng, việc lưu hóa có thể quá mức làm cho khả năng gia công không đầy đủ.

Tốt hơn, nếu tỷ lệ của chất xúc tác lưu hóa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3,0 phần khối lượng, cụ thể là từ 0,1 đến 2,0 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của tổng hàm lượng chất rắn nhựa kể cả hàm lượng nhựa của hỗn hợp nhựa polyeste, và hàm lượng nhựa khác tính cả chất liên kết ngang. Nếu lượng chất xúc tác lưu hóa được bổ sung vào nhỏ hơn khoảng nêu trên, thì tác dụng tăng tốc phản ứng lưu hóa thu được bằng cách bổ sung chất xúc tác lưu hóa là không đầy đủ. Mặt khác, nếu lượng chất xúc tác lưu hóa được bổ sung vào lớn hơn khoảng nêu trên, tác dụng tăng tốc lưu hóa có thể cao làm cho khả năng gia công không đầy đủ.

Đối với chế phẩm phủ theo sáng chế, các chất phụ gia đã biết như chất làm trơn, chất chống tạo bọt, chất làm đều màu và chất màu có thể được bổ sung bằng các công thức đã biết.

Chế phẩm phủ theo sáng chế có thể được sử dụng, với nhựa polyeste (A), nhựa polyeste (B) nêu trên, chất liên kết ngang và chất xúc tác lưu hóa được hòa tan trong dung môi hữu cơ đã biết. Ví dụ về dung môi hữu cơ được sử dụng là hydrocacbon thơm như toluen, xylen và solvesso; este như etyl axetat, butyl axetat và este của axit dibazo; keton như metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, xyclohexanon và isophoron; rượu ete như butyl cellosolve và butyl carbitol; rượu keton như rượu diaxeton; và các rượu như rượu isopropyl,

n-butanol, rượu amylic và n-hexanol. Dung môi bất kỳ trong số các dung môi này được chọn có xem xét đến độ hòa tan, năng suất phủ, v.v..

Ngoài ra, chế phẩm phủ theo sáng chế có thể được hoàn nguyên trong nước bằng phương pháp đã biết, và được sử dụng làm chế phẩm phủ trên cơ sở nước. Ví dụ, hợp chất bazơ như amoniac hoặc hợp chất amin hữu cơ, hoặc dung môi hữu cơ được tạo thành cùng với nhựa polyeste (A) và (B) nêu trên, chất liên kết ngang, và chất xúc tác lưu hóa để tạo ra chế phẩm phủ trên cơ sở nước.

Đối với chế phẩm phủ theo sáng chế, các nhựa khác có thể được sử dụng thêm, với lượng mà không làm ảnh hưởng đến các đặc tính hoàn hảo của chế phẩm phủ theo sáng chế, dùng cho mục đích cải biến như làm giảm tính linh động và độ bám dính của màng phủ. Ví dụ về các nhựa khác là copolyme axit carboxylic chưa bão hòa polyme hóa-etylen, ionome copolyme axit carboxylic polyme hóa-etylen, và nhựa polyeste không chứa nước. Bằng cách bổ sung ít nhất một nhựa được chọn từ các nhựa này, có thể tạo ra tính linh động và độ bám dính vào màng phủ một cách hữu hiệu.

[Tấm kim loại được phủ]

Tấm kim loại được phủ theo sáng chế thu được bằng cách phủ tấm kim loại bằng chế phẩm phủ theo sáng chế.

Ví dụ về tấm kim loại có thể sử dụng là tấm thép cán nóng, tấm thép cán nguội, tấm thép mạ kẽm, tấm thép mạ điện, tấm thép mạ hợp kim, tấm thép mạ hợp kim nhôm-kẽm, tấm nhôm, tấm thép tráng thiếc, tấm thép không gỉ, tấm đồng, tấm thép mạ đồng, thép không có thiếc, tấm thép mạ niken, tấm thép mạ thiếc mỏng, và tấm thép phủ crom. Các tấm kim loại này được xử lý, nếu cần, bằng các phương pháp xử lý bề mặt khác nhau và xử lý lót sơn trước khi sử dụng.

Tấm kim loại được phủ theo sáng chế có thể thu được bằng cách phủ tấm kim loại bằng chế phẩm phủ theo sáng chế bằng phương pháp phủ đã biết như phủ thép cán hoặc phủ phun, và nung tấm kim loại được phủ bằng dụng

cụ gia nhiệt như lò kiểu ống xoắn. Màng phủ đã được lưu hóa chứa chế phẩm phủ theo sáng chế ngăn được sự hóa giòn theo thời gian một cách hữu hiệu. Do đó, chế phẩm phủ theo sáng chế có thể được sử dụng một cách hữu hiệu, đặc biệt là khi được tạo thành màng phủ bằng cách nung cuộn mà được thực hiện ở nhiệt độ cao trong thời gian ngắn và đặc biệt là dễ giòn theo thời gian.

Độ dày của màng phủ không bị giới hạn, nhưng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3 đến 18 μm , tốt hơn là từ 3 đến 12 μm ở dạng độ dày màng khô. Độ dày màng khô được xác định một cách thích hợp bằng ứng dụng được dự định cho tấm kim loại được phủ. Các điều kiện nung đối với màng phủ được điều chỉnh, nếu thích hợp, tùy thuộc vào loại nhựa polyeste được sử dụng, loại chất liên kết ngang được sử dụng, loại dung môi được sử dụng, loại vật liệu kim loại được phủ, độ dày, tốc độ phủ, v.v..

[Đồ chứa bằng kim loại và nắp bằng kim loại]

Đồ chứa bằng kim loại theo sáng chế có màng phủ chứa chế phẩm phủ theo sáng chế được tạo ra ở bề mặt bên trong và/hoặc bề mặt bên ngoài của đồ chứa bằng kim loại. Chế phẩm phủ theo sáng chế có độ bền chống ăn mòn và các đặc tính mùi vị đặc biệt, sao cho màng phủ chứa chế phẩm phủ theo sáng chế được tạo ra theo mong muốn ở ít nhất một bề mặt bên trong của đồ chứa bằng kim loại.

Có thể sử dụng tất cả đồ chứa bằng kim loại đã biết làm đồ chứa bằng kim loại mà có màng phủ. Ví dụ về đồ chứa bằng kim loại bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, lon gồm ba mảnh có đường nối ở một cạnh và lon không có đường nối (lon gồm hai mảnh).

Đồ chứa bằng kim loại theo sáng chế có thể được tạo ra từ tấm kim loại được phủ nêu trên. Tuy nhiên, đồ chứa bằng kim loại như lon không đường nối, mà được tạo ra bằng cách gia công thô, cũng có thể được tạo ra bằng cách gắn chế phẩm phủ theo sáng chế vào đồ chứa bằng kim loại được tạo thành trước.

Ngoài ra, nắp bằng kim loại theo sáng chế có thể được tạo ra từ tấm

kim loại được phủ nêu trên theo sáng chế bằng phương pháp sản xuất nắp tùy ý đã biết. Thông thường, nắp bằng kim loại được tạo ra ở dạng nắp đồ hộp dễ mở kiểu giạt hoặc nắp đồ hộp dễ mở kiểu mở hoàn toàn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả cụ thể hơn có dựa vào các ví dụ, trong đó phần là chỉ phân khối lượng.

Các mục tương ứng được xác định bằng các phương pháp sau:

(1) Khối lượng phân tử trung bình số của nhựa polyeste

Được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel (gel permeation chromatography: GPC) bằng cách sử dụng đường cong hiệu chuẩn polystyren chuẩn.

(2) Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh

Được xác định với tốc độ tăng nhiệt độ là 20°C/phút bằng cách sử dụng phương pháp đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân (differential scanning calorimeter: DSC).

(3) Chỉ số axit

0,2g polyeste được hòa tan trong 20ml clorofom, chuẩn độ bằng dung dịch 0,1N KOH-etanol để thu được chỉ số axit của nhựa (mgKOH/g). Phenolphthalein được sử dụng làm chất chỉ thị.

(4) Tạo ra tấm phủ thử nghiệm

Chế phẩm phủ trong mỗi ví dụ và ví dụ so sánh được phủ lên tấm nhôm #5182 với độ dày là 0,28mm bằng cách sử dụng thiết bị sơn lót dạng thanh để tạo màng (khối lượng màng khô 100 mg/100 cm²), và màng này được nung bằng lò kiểu ống xoắn. Các điều kiện nung là nhiệt độ kim loại đỉnh (peak metal temperature: PMT) là 260°C đối với tấm nhôm, và tổng thời gian nung (total baking time: TOT) là 28 giây. Mỗi tấm phủ thu được được cho thử nghiệm theo các phương pháp thử nghiệm được nêu dưới đây.

(4)-1 Độ bền chống giòn theo thời gian

Độ bền chống giòn theo thời gian được đánh giá về khả năng gia công ban đầu so với khả năng gia công theo thời gian.

Khả năng gia công:

Tấm phủ thử nghiệm được cắt thành kích thước 3 x 5 cm sao cho cạnh tấm nhôm theo hướng cán của nó là chiều dài của mảnh thử nghiệm thu được. Sau đó, mảnh thử nghiệm được gấp song song với cạnh ngắn của nó sao cho bề mặt được phủ của nó hướng ra ngoài. Hai tấm nhôm dày 0,28 mm được đặt vào bên trong miếng gấp trong môi trường 25°C, và uốn va đập có sử dụng dụng cụ thử va đập Du Pont loại gấp có đường nối. Khối lượng của sắt nặng 3,5 kg và có bề mặt tiếp xúc phẳng để uốn va đập được cho rơi từ độ cao 12,5 cm. Phần rộng 2 cm ở phần đầu cong được cho tiếp xúc với miếng xốp được nhúng trong dung dịch nước natri clorua 1%, sử dụng điện áp 6,2V, và giá trị dòng điện (mA) của phần 2 cm được xác định 4 giây sau đó.

Khả năng gia công ban đầu: được đánh giá trong 8 giờ sau khi tạo ra tấm phủ thử nghiệm.

Khả năng gia công theo thời gian: Tấm phủ thử nghiệm được đặt trong buồng ổn nhiệt ở 40°C trong 8 giờ sau khi tạo ra, bảo quản trong đó trong 1 tháng, và sau đó đánh giá khả năng gia công ban đầu.

Tiêu chuẩn đánh giá là như sau:

- ◎ (Hoàn hảo): Nhỏ hơn 0,5 mA.
- (Tốt): từ 0,5 mA đến nhỏ hơn 1,0 mA.
- △ (Khá): từ 1,0 mA đến nhỏ hơn 3 mA.
- × (Kém): lớn hơn hoặc bằng 3 mA.

(4)-2 Độ bền chống ăn mòn

Tấm phủ có độ lồi được tạo ra bằng dụng cụ thử va đập Du Pont (thanh va đập 1/4 inso, khối lượng 300 g được cho rơi từ độ cao 12,5 cm) được nhúng trong chất lỏng giả làm lượng chứa bên trong (axit xitric/etanol/nước=5/10/85) ở 40°C trong 7 ngày, và mức độ ăn mòn được đánh giá bằng mắt.

◎: Không ăn mòn.

○: Ăn mòn ít.

△: Ăn mòn không đáng kể.

×: Ăn mòn rõ rệt.

(4)-3 Độ bền chung cát

Tấm phủ thử nghiệm được nhúng trong nước, xử lý ở 125°C trong 30 phút trong nồi hấp, và sau đó đánh giá về sự hoen đỏ.

Sự hoen đỏ: được đánh giá bằng mắt bằng cách quan sát trạng thái hoen đỏ của màng phủ.

◎: Không hoen đỏ.

○: Hoen đỏ ít.

△: Hoen đỏ không đáng kể.

×: Hoen đỏ rõ rệt.

(4)-4 Khả năng chống kết khối

Mỗi bề mặt được phủ của tấm phủ được cắt thành kích thước 8 x 8 cm được chồng lên nhau. Tấm phủ ở trạng thái chồng lên nhau được đặt dưới áp suất 0,36 MPa ở nhiệt độ 50°C trong 2 phút bằng cách sử dụng máy ép nhiệt, và sau đó làm nguội đến nhiệt độ trong phòng. Sau đó, mức độ kết khối giữa các bề mặt phủ tương ứng được đánh giá bằng cách bóc tấm phủ ra khỏi nhau, bắt đầu từ đầu mút của chúng.

○: Không kết khối.

△: Kết khối không đáng kể.

×: Kết khối rõ rệt.

(4)-5 Độ bền chống xước

Sử dụng dụng cụ thử độ trượt HEIDON-14DR (do Shinto Scientific Co., Ltd. sản xuất). Vòng bi dưới tải trọng được cho trượt trên bề mặt của lớp phủ, và số lần vòng bi trượt cho đến khi màng phủ bị vụn ra để lộ ra nền nhôm được đếm để đánh giá. Các điều kiện thử nghiệm là bi bằng thép không gỉ có đường kính 10 mm, tốc độ trượt là 6000 mm/phút, khoảng cách trượt là

10 mm, tải trọng là 1 kg, và nhiệt độ tắm phủ là 25°C.

◎: lớn hơn hoặc bằng 1.000 lần.

○: 500 lần đến nhỏ hơn 1.000 lần.

△: 100 lần đến nhỏ hơn 500 lần.

×: Nhỏ hơn 100 lần.

(5) Sản xuất nắp

Vỏ có đường kính 206 (nắp trước khi gắn đầu mở được gọi là vỏ) có độ sâu, của phần bán kính của đường rãnh dạng vòng được tăng cường từ tâm ở giữa, là 2,5 mm và bán kính có độ cong, của phần bán kính, là 0,50 mm được tạo ra từ tắm phủ nêu trên bằng máy đúc vỏ. Vỏ này được rạch khía (đường rạch có độ dày 95 μ m), được cố định, và được lắp với đầu mở, từ phía bên ngoài của nắp, để tạo ra nắp.

(5)-1 Độ bền chống giòn theo thời gian của nắp

Khả năng gia công theo thời gian: Tắm phủ sau khi bảo quản 1 tháng ở 40°C được tạo thành vỏ. Vỏ này được phủ hợp chất, sau đó được bảo quản trong 2 tuần ở 40°C, và sau đó được xử lý bằng bước tạo hình cuối cùng (rạch, gắn đầu mở, v.v.).

Nắp thu được như nêu trên được đánh giá theo cách sau:

Năm nắp đã được phủ ngay sau khi phủ (trong vòng 8 giờ ở nhiệt độ trong phòng) và sau khi bảo quản 1 tháng (40°C) được xác định về giá trị dòng điện, và sự khác biệt giữa các giá trị trung bình đo được được dùng để đánh giá. Các điều kiện xác định là sự cấp điện ở điện áp 6,2 V trong 4 giây, tiếp đó là xác định giá trị dòng điện.

◎: trong vòng 0,2 mA (giá trị không tăng).

○: trong vòng 0,5 mA (giá trị không tăng).

△: trong vòng 1,0 mA (giá trị không tăng).

×: giá trị không tăng.

(5)-2 Độ bền chống ăn mòn của nắp

Lon 350 g có thể được tạo ra bằng cách kéo và bọc sắt vật liệu thép

không thiếc có cả hai bề mặt được cán mỏng với PET được đóng hộp lạnh với Coca Cola (nhiệt độ chất lỏng: 5°C, lượng không khí bên trong lon: 2 ml hoặc nhỏ hơn) dưới các điều kiện sau: thể tích khí 3,75, và lượng chất bên trong 345 g. Sau đó, lon đã được đóng hộp được gia nhiệt (40°C, 10 phút). Mẫu thu được như vậy được bảo quản trong tư thế đảo ngược (nắp hướng xuống dưới) trong buồng ổn nhiệt ở 37°C trong 6 tháng. Sau đó, nắp được mở, và quan sát bề mặt bên trong của nắp. Việc quan sát được thực hiện bằng kính hiển vi lập thể và kính hiển vi luyện kim, và sự có mặt của các vết ăn mòn trên đó, và sự có mặt của các lỗ châm kim trong đó, bề mặt bên trong của nắp được kiểm tra (n=5 cho mỗi mục).

○: Không ăn mòn hoặc ăn mòn ít (trừ vết rạch và đỉnh tán).

×: Lỗ châm kim hoặc khả năng có các lỗ châm kim.

(5)-3 Độ bền chung cát nắp

Lon 350 g được tạo ra bằng cách kéo và bọc sắt vật liệu thép không thiếc có cả hai bề mặt được cán mỏng với PET được nạp 340 g nước. Nitơ lỏng được bổ sung nhỏ giọt sao cho tạo ra áp suất bên trong 0,1 kgf/cm², và sau đó lon được gắn kín bằng nắp nhôm. Lon đã được gắn kín được xử lý chung cát ổn định bằng hơi ở 125°C trong 30 phút, và được làm nguội sao cho nhiệt độ của chất lỏng bên trong giảm xuống dưới 40°C trong vòng 10 phút sau khi gia nhiệt xong.

Sau đó, nắp được lấy ra, và trạng thái hoen đỏ trên bề mặt bên trong của nắp được đánh giá (n=3 cho mỗi điều kiện).

◎: Không hoen đỏ.

○: Hoen đỏ ít.

△: Hoen đỏ không đáng kể.

×: Hoen đỏ rõ rệt.

(5)-4 Độ bền chống xước của nắp

Việc gia công liên tục được thực hiện cho 50 mẫu ở mỗi mức độ bằng máy nén, và trạng thái của màng phủ của thành bên trong của đỉnh tán được

quan sát bằng mắt. Đối với sự tổn hại màng phủ, việc lộ kim loại ra được đánh giá bằng cách nhúng mẫu này trong dung dịch nước đồng sulfate 20% trong 1 phút và kiểm tra sự kết tủa Cu.

○: Không tổn hại về màng phủ.

△: Tổn hại bề mặt (không lộ kim loại ra).

×: Bị xước (kim loại bị lộ ra).

[Điều chế nhựa polyeste (A)]

Ví dụ điều chế: Nhựa polyeste (A)-a

446 phần axit dimethylterephthalic, 2,2 phần axit trimelitic, 57 phần etylen glycol, 246 phần propylen glycol, 66 phần 1,4-xyclohexandimetanol, và 0,2 phần titan tetrabutoxit được cho vào bình bốn cổ thể tích 3L để tạo thành hệ polyme hóa. Hệ này được gia nhiệt từ từ đến 220°C trong 4 giờ để thực hiện sự trao đổi lẫn nhau của este. Áp suất được giảm trong 30 phút xuống 10 mm Hg để polyme hóa ban đầu, và nhiệt độ được làm tăng đến 250°C. Dưới các điều kiện này, sự polyme hóa sau được thực hiện trong 90 phút ở áp suất 1 mm Hg hoặc thấp hơn. Khi đạt tới khối lượng phân tử đích, chất chứa bên trong được làm nguội xuống 220°C trong môi trường nitơ. Sau đó, 20 phần etylen glycol bistrimelitat dianhydrit và 5 phần anhydrit trimelitic được cho lần lượt vào hệ này, và tiếp tục khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200 đến 230°C trong 1 giờ dưới môi trường nitơ. Sau đó, lượng bên trong được rút ra để thu được nhựa polyeste (A)-a theo sáng chế. Tg, chỉ số axit và khối lượng phân tử trung bình số của nhựa này được nêu trong Bảng 1.

[Ví dụ điều chế nhựa polyeste (B)]

Ví dụ điều chế: Nhựa polyeste (B)-a

106 phần axit terephthalic, 225 phần axit isophthalic, 4 phần anhydrit trimelitic, 143 phần 2-metyl-1,3-propandiol, 86 phần 1,4-butandiol, 92 phần 1,4-xyclohexandimetanol, và 0,13 phần titan tetrabutoxit được cho vào bình bốn cổ thể tích 2L, và nhiệt độ được tăng từ từ đến 220°C trong 4 giờ để

chung cất nước và tiến hành este hóa. Sau khi lượng nước được xác định trước được chung cất, áp suất được làm giảm trong 30 phút xuống 10 mmHg để tiến hành polyme hóa ban đầu, và nhiệt độ được tăng đến 250°C. Trong các điều kiện này, quá trình polyme hóa sau được thực hiện trong 50 phút ở áp suất 1 mm Hg hoặc thấp hơn. Sau đó, quá trình polyme hóa dưới áp suất giảm được kết thúc, và nhựa thu được được rút ra để thu được nhựa polyeste (B)-a theo sáng chế. Tg, chỉ số axit, và khối lượng phân tử trung bình số của nhựa này được nêu trong Bảng 2.

Tương tự, điều chế nhựa polyeste (A)-b đến (A)-i có chỉ số axit và Tg được nêu trong Bảng 1 và Bảng 2, ngoại trừ việc sử dụng anhydrit carboxylic làm nguyên liệu không thể phân tán, lượng của nó được nạp vào, và loại hoặc lượng monome khác được nạp vào. Cũng tương tự, điều chế nhựa polyeste (B)-b đến (B)-g có chỉ số axit và Tg được nêu trong Bảng 1 và Bảng 2, ngoại trừ việc loại hoặc lượng monome được thay đổi.

Bảng 1

Nhựa polyeste (A)

	Ví dụ							Ví dụ so sánh				
	(A)-a	(A)-b	(A)-c	(A)-d	(A)-e	(A)-f	(A)-g	(A)-h	(A)-i			
Tg (°C)	90	40	55	45	50	102	30	53	43			
Chỉ số axit (mgKOH/g)	16	14	45	5	15	14	18	61	1			
Khối lượng phân tử trung bình số	15.000	20.000	8.000	15.000	17.000	18.000	16.000	6.000	22.000			

Bảng 2

Nhựa polyeste (B)

	Ví dụ					Ví dụ so sánh	
	(B)-a	(B)-b	(B)-c	(B)-d	(B)-e	(B)-f	(B)-g
Tg (°C)	22	-17	5	7	5	-30	3
Chỉ số axit (mgKOH/g)	15	10	40	1	15	10	60
Khối lượng phân tử trung bình số	13.000	10.000	8.000	18.000	13.000	10.000	5.000

[Điều chế chế phẩm phủ]

Lượng xác định trước của nhựa polyeste (A), nhựa polyeste (B) và dung môi được cho vào bình, được gia nhiệt, và khuấy kỹ ở 100°C hoặc thấp hơn cho đến khi được hòa tan. Sau khi hòa tan hoàn toàn, dung dịch nhựa polyeste thu được được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng và, kết hợp với khuấy kỹ, chất liên kết ngang được xác định trước và chất xúc tác lưu hóa được xác định trước được bổ sung để điều chế chế phẩm phủ. Chất liên kết ngang được sử dụng là Nhựa Sumilit PR-53893A (nhựa phenolic loại m-cresol resol) của Sumitomo Durez Co., Ltd. và Mycoat 506 (nhựa melamin-được butylat) của Nihon Cytec Industries Inc. Chất xúc tác lưu hóa được sử dụng là Cypat 602 (axit dodecylbenzensulfonic được chặn amin) của Nihon Cytec Industries Inc. Tấm kim loại được phủ và nắp bằng kim loại được phủ được tạo ra bằng cách sử dụng chế phẩm phủ tương ứng, và được đánh giá. Kết quả được nêu trong Bảng 3 và Bảng 4.

Bảng 3

Ví dụ		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
			Tg (°C)	Chỉ số axit (mgKOH/g)	Khối lượng phân tử trung bình số						
Nhựa polyeste (A)	(A)-a	90	90	16	15.000						
	(A)-b		40	14	20.000	90					
	(A)-c		55	45	8.000		90				
	(A)-d		45	5	15.000		90				
	(A)-e		50	15	17.000			90	90	90	98
	(A)-f		102	14	18.000						
	(A)-g		30	18	16.000						
	(A)-h		53	61	6.000						
	(A)-i		43	1	22.000						
Nhựa polyeste (B)	(B)-a		22	15	13.000			10			
	(B)-b		-17	10	10.000			10			
	(B)-c		5	40	8.000			10			
	(B)-d		7	1	18.000				10		
	(B)-e	10	5	15	13.000	10	10			10	2
	(B)-f		-30	10	10.000						
	(B)-g		3	60	5.000						
	Tgmix(°C)	80	36	49	40	47	42	45	45	45	49
Chất liên kết ngang	Nhựa Sumilit (PR-53893A) Mycoat 506	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Chất xúc tác lưu hóa	Cycat 602	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0

Bảng 3 (tiếp)

Ví dụ																				
		Tg (°C)	Chỉ số axit (mgKOH/g)	Khối lượng phân tử trung bình số	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20						
Nhựa polyester (A)	(A)-a	90	16	15.000																
	(A)-b	40	14	20.000																
	(A)-c	55	45	8.000																
	(A)-d	45	5	15.000																
	(A)-e	50	15	17.000	80	70	50	90	90	90	90	90	90	90						
	(A)-f	102	14	18.000																
	(A)-g	30	18	16.000																
	(A)-h	53	61	6.000																
	(A)-i	43	1	22.000																
Nhựa polyester (B)	(B)-a	22	15	13.000			50													
	(B)-b	-17	10	10.000																
	(B)-c	5	40	8.000																
	(B)-d	7	1	18.000																
	(B)-e	5	15	13.000	20	30		10	10	10	10	10	10	10						
	(B)-f	-30	10	10.000																
	(B)-g	3	60	5.000																
	Tgmix(°C)				40	35	35	45	45	45	45	45	45	45						
	Nhựa Sumilit (PR-53893A)				10	10	10	1	30	10	15	0	10	10						
Chất liên kết ngang	Mycoat 506								5	15	30									
Chất xúc tác lưu hóa	Cycat 602				1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	0,1	3,0							

Bảng 3 (tiếp)

Ví dụ		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Đánh giá tám phủ	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công ban đầu)	○	◎	○	○	◎	○	○	○	○	○
	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công theo thời gian)	○	◎	○	○	○	○	○	○	○	○
	Độ bền chống ăn mòn	◎	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	Độ bền chung cắt	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	Khả năng chống kết khối	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	Độ bền chống xước	◎	○	○	○	○	○	○	○	○	○
Đánh giá về sự đóng kín	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công theo thời gian)	○	◎	○	○	○	○	○	○	○	○
	Độ bền chống ăn mòn	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	Độ bền chung cắt	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	Độ bền chống xước	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

Bảng 3 (tiếp)

Ví dụ	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Đánh giá tám phủ	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công ban đầu)	◎	○	○	○	○	○	○	◎	○
	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công theo thời gian)	◎	○	○	○	○	○	○	○	○
	Độ bền chống ăn mòn	○	○	○	◎	◎	◎	○	○	◎
	Độ bền chung cắt	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	Khả năng chống kết khối	○	○	○	○	○	○	○	○	○
Đánh giá về sự đóng kín	Độ bền chống xước	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công theo thời gian)	◎	○	○	○	○	○	○	○	○
	Độ bền chống ăn mòn	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	Độ bền chung cắt	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	Độ bền chống xước	○	○	○	○	○	○	○	○	○

Bảng 4

Ví dụ so sánh											
		Tg (°C)	Chỉ số axit (mgKOH/g)	Khối lượng phân tử trung bình số	1	2	3	4	5	6	7
Nhựa polyeste (A)	(A)-a	90	16	15.000							
	(A)-b	40	14	20.000							
	(A)-c	55	45	8.000							
	(A)-d	45	5	15.000							
	(A)-e	50	15	17.000					80	90	90
	(A)-f	102	14	18.000	90						
	(A)-g	30	18	16.000		90					10
	(A)-h	53	61	6.000			90				
	(A)-i	43	1	22.000				90			
Nhựa polyeste (B)	(B)-a	22	15	13.000							
	(B)-b	-17	10	10.000							
	(B)-c	5	40	8.000							
	(B)-d	7	1	18.000							
	(B)-e	5	15	13.000	10	10	10	10			
	(B)-f	-30	10	10.000					20		
	(B)-g	3	60	5.000						10	
	Tgmix(°C)										
Chất liên kết ngang	Nhựa Sumilit (PR-53893A)				89	27	47	39	30	44	48
	Mycocat 506				10	10	10	10	10	10	10
Chất xúc tác lưu hóa	Cycat 602				1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0

Bảng 4 (tiếp)

Ví dụ so sánh						8	9	10	11	12	13	14
		Tg (°C)	Chỉ số axit (mgKOH/g)	Khối lượng phân tử trung bình số								
Nhựa polyeste (A)	(A)-a	90	16	15.000								
	(A)-b	40	14	20.000							100	
	(A)-c	55	45	8.000								
	(A)-d	45	5	15.000								
	(A)-e	50	15	17.000		40	90	90	90	90		
	(A)-f	102	14	18.000								
	(A)-g	30	18	16.000								
	(A)-h	53	61	6.000								
	(A)-i	43	1	22.000								
Nhựa polyeste (B)	(B)-a	22	15	13.000								100
	(B)-b	-17	10	10.000								
	(B)-c	5	40	8.000								
	(B)-d	7	1	18.000								
	(B)-e	5	15	13.000		60	10	10	10	10		
	(B)-f	-30	10	10.000								
	(B)-g	3	60	5.000								
	Tgmix(°C)					21	45	45	45	45	-	-
	Nhựa Sumilit (PR-53893A)					10	35	0	10	10	10	10
Chất liên kết ngang	Mycoat 506											
Chất xúc tác lưu hóa	Cycat 602					1,0	1,0	1,0	0,0	4,0	1,0	1,0

Bảng 4 (tiếp)

Ví dụ so sánh		1	2	3	4	5	6	7
Đánh giá tám phủ	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công ban đầu)	◎	◎	Δ	○	○	Δ	○
	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công theo thời gian)	Δ	○	Δ	○	○	Δ	×
	Độ bền chống ăn mòn	○	Δ	○	Δ	Δ	○	○
	Độ bền chưng cất	◎	○	Δ	○	○	Δ	○
	Khả năng chống kết khối	○	×	○	○	×	○	○
	Độ bền chống xước	○	Δ	○	○	○	○	○
Đánh giá về sự đóng kín	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công theo thời gian)	Δ	◎	Δ	○	○	Δ	×
	Độ bền chống ăn mòn	○	×	○	×	×	○	○
	Độ bền chưng cất	◎	○	Δ	○	○	Δ	○
	Độ bền chống xước	○	Δ	○	○	○	○	○

Bảng 4 (tiếp)

Ví dụ so sánh		8	9	10	11	12	13	14
Đánh giá tám phủ	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công ban đầu)	○	△	△	△	△	○	○
	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công theo thời gian)	○	△	△	×	△	△	○
	Độ bền chống ăn mòn	×	○	×	△	○	○	△
	Độ bền chung cắt	△	○	×	△	○	○	△
	Khả năng chống kết khối	×	○	△	△	○	○	△
	Độ bền chống xước	△	○	×	△	○	○	△
Đánh giá về sự đóng kín	Độ bền chống giòn theo thời gian (khả năng gia công theo thời gian)	○	△	△	△	△	△	○
	Độ bền chống ăn mòn	×	○	×	×	○	○	△
	Độ bền chung cắt	△	○	×	△	○	○	△
	Độ bền chống xước	△	○	×	△	○	○	△

Khả năng áp dụng công nghiệp

Chế phẩm phủ theo sáng chế là hoàn hảo về tất cả các đặc tính chức năng của màng phủ như khả năng gia công, độ bền chống giòn theo thời gian, độ bền chống ăn mòn, độ bền chống xước, khả năng chống kết khối, và độ bền chung cất. Cụ thể, tốt hơn nếu chế phẩm phủ này có thể được sử dụng cho tấm kim loại được phủ mà được nung trong lò kiểu ống xoắn trong đó việc nung được thực hiện ở nhiệt độ cao trong thời gian ngắn để tạo ra sự giòn rõ rệt theo thời gian.

Ngoài ra, tấm kim loại được phủ có màng phủ từ chế phẩm phủ theo sáng chế là hoàn hảo về khả năng gia công, độ bền chống giòn theo thời gian, độ bền chống xước, và khả năng chống kết khối, và tốt hơn nếu có thể được sử dụng để sản xuất đồ chứa bằng kim loại hoặc nắp bằng kim loại mà liên quan đến quá trình gia công thô.

Bên cạnh đó, đồ chứa bằng kim loại hoặc nắp bằng kim loại theo sáng chế có độ bền chống ăn mòn, độ bền chung cất, và các đặc tính mùi vị hoàn hảo, và do đó tốt hơn nếu có thể được sử dụng cho đồ chứa bằng kim loại để bảo quản chất có thể ăn mòn hoặc chất cần sự khử trùng bằng chung cất.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm phủ chứa chất liên kết ngang và chất xúc tác lưu hóa kết hợp với hỗn hợp nhựa polyeste gồm hỗn hợp của nhựa polyeste (A) có chỉ số axit nằm trong khoảng từ 2 đến 50 mg KOH/g và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) nằm trong khoảng từ 35 đến 100°C được đo ở tốc độ tăng nhiệt độ là 20°C/phút bằng cách sử dụng thiết bị đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân (DSC) và nhựa polyeste (B) có chỉ số axit nằm trong khoảng từ 0 đến 50 mg KOH/g và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) nằm trong khoảng từ -20 đến 25°C được đo ở tốc độ tăng nhiệt độ là 20°C/phút bằng cách sử dụng thiết bị đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân (DSC), trong đó nhựa polyeste (A) là nhựa polyeste có chỉ số axit của nhựa nhờ phản ứng cộng mở vòng của hợp chất có một hoặc nhiều cấu trúc anhydrit của axit carboxylic trong một phân tử.

2. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó tỷ lệ khối lượng giữa nhựa polyeste (A) và nhựa polyeste (B) là (A):(B)=99:1 đến 50:50.

3. Chế phẩm phủ theo điểm 1 hoặc 2, trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_{gmix}) của hỗn hợp nhựa polyeste được tính toán từ phương trình (1) sau là 35°C hoặc lớn hơn

$$1/T_{gmix} = W_a/T_{ga} + W_b/T_{gb} \dots (1)$$

trong đó T_{gmix} là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (K) của hỗn hợp nhựa polyeste, T_{ga} là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (K) của nhựa polyeste (A) được đo ở tốc độ tăng nhiệt độ là 20°C/phút bằng cách sử dụng thiết bị đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân (DSC), T_{gb} là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (K) của nhựa polyeste (B) được đo ở tốc độ tăng nhiệt độ là 20°C/phút bằng cách sử dụng thiết bị đo nhiệt lượng bằng tia quét vi phân (DSC), W_a là phần khối lượng của nhựa polyeste (A) so với tổng khối lượng của nhựa

polyeste (A) và nhựa polyeste (B), và W_b là phần khối lượng của nhựa polyeste (B) so với tổng khối lượng của nhựa polyeste (A) và nhựa polyeste (B).

4. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó chất liên kết ngang chứa nhựa phenolic loại resol và/hoặc nhựa amino, và được bổ sung vào với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của hàm lượng chất rắn nhựa của nhựa polyeste (A) và (B).

5. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó chất xúc tác lưu hóa được bổ sung vào với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3,0 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của tổng hàm lượng chất rắn nhựa.

6. Tấm kim loại được phủ chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5.

7. Tấm kim loại được phủ theo điểm 6, trong đó tấm kim loại này có chế phẩm phủ được nung cuộn.

8. Đồ chứa bằng kim loại có màng phủ được tạo ra trên đó, trong đó màng phủ này chứa chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5.

9. Nắp bằng kim loại có màng phủ được tạo ra trên đó, trong đó màng phủ này chứa chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5.