



(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)



1-0033632

(51)⁷ C08G 18/62; C09D 167/00; C09D
127/12; C08G 18/42; C08G 18/80

(13) B

(21) 1-2019-01164 (22) 14/09/2017
(86) PCT/EP2017/073189 14/09/2017 (87) WO 2018/050774 A1 22/03/2018
(30) CN2016/099199 18/09/2016 CN; 16195847.5 26/10/2018 EP
(45) 25/10/2022 415 (43) 25/06/2019 375A
(73) AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL B.V. (NL)
Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem, the Netherlands
(72) TAO, Yanling (CN); WANG, Xiaodong (CN); JIANG, Wei (CN).
(74) Công ty TNHH Tư vấn sở hữu trí tuệ Việt (VIET IP CO.,LTD.)

(54) CHẾ PHẨM PHỦ DẠNG BỘT LAI POLYESTE-FLOCACBON VÀ PHƯƠNG
PHÁP PHỦ NỀN BẰNG CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon là hỗn hợp trộn khô của chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B, trong đó:

chế phẩm phủ dạng bột polyeste A bao gồm polyme polyeste thứ nhất và chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ nhất; và

chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B bao gồm polyme flocacbon, chất đóng rắn dùng cho polyme flocacbon, và polyme polyeste thứ hai và chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ hai;

trong đó tỉ lệ khối lượng giữa chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B nằm trong khoảng từ 25:75 đến 75:25,

trong đó polyme polyeste thứ nhất là polyme có nhóm chức carboxyl có trị số axit nằm trong khoảng từ 18 đến 70 mg KOH/g polyme và trong đó polyme polyeste thứ hai là polyme polyeste có nhóm chức hydroxyl có trị số hydroxyl nằm trong khoảng từ 70 đến 350 mg KOH/g polyme.

Sáng chế còn đề xuất phương pháp phủ nền với chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon là hỗn hợp trộn khô của chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B và phương pháp phủ nền với chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chế phẩm phủ dạng bột là các chế phẩm dạng rắn nói chung bao gồm polyme kết dính hoặc tạo màng dạng rắn hoặc hỗn hợp của nhiều polyme tạo màng dạng rắn khác nhau, thông thường với một hoặc nhiều bột màu và, tùy chọn, một hoặc nhiều chất phụ gia nhằm cải thiện tính năng như chất hóa dẻo, chất trợ chảy và chất độn. Polyme tạo màng thường là polyme rắn nhiệt, đóng rắn khi đun nóng, thường với sự hiện diện của tác nhân liên kết ngang, chất này cũng có thể là polyme. Nói chung, polyme này có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh (T_g), điểm hóa mềm hoặc điểm nóng chảy trên 30°C .

Thông thường, quá trình sản xuất các chế phẩm phủ dạng bột bao gồm trộn-làm nóng chảy các thành phần của chế phẩm. Trộn-làm nóng chảy bao gồm trộn với tốc độ và cường độ cao các thành phần khô, sau đó đun nóng hỗn hợp đến nhiệt độ cao-trên điểm hóa mềm của polyme chưa đóng rắn nhưng dưới nhiệt độ đóng rắn-trong máy trộn liên tục để tạo thành hỗn hợp nóng chảy. Ưu tiên hơn, máy trộn bao gồm máy ép đùn một trục hoặc hai trục vì chúng giúp cải thiện sự phân tán của các thành phần khác trong polyme khi polyme nóng chảy. Hỗn hợp nóng chảy được ép đùn, thông thường được cán thành dạng tấm, được làm nguội để biến hỗn hợp thành rắn và sau đó nghiền thành miếng nhỏ và sau đó tán nhỏ thành bột mịn.

Sau quá trình xử lý đó thường là một chuỗi các bước định cỡ hạt và tách-chẳng hạn như nghiền, phân loại, sàng, rây, rây mịn và lọc-trước quá trình phủ dạng bột lên nền và đun nóng bột đến nóng chảy và hợp nhất các hạt và đóng rắn lớp phủ. Các phương pháp phủ chất phủ dạng bột bao gồm các quá trình tăng sôi, trong đó nền được đun nóng trước và nhúng vào tăng sôi của bột, kết quả là bột hợp nhất khi tiếp xúc với

bề mặt nóng và gắn chặt vào nền, và các quá trình tăng sôi tĩnh điện và các quá trình phun tĩnh điện trong đó các hạt chất phủ dạng bột được nạp tĩnh điện bởi các điện cực bên trong tăng sôi hoặc súng phun tĩnh điện và định hướng để được kết tụ trên nền được nối đất.

Các chế phẩm phủ dạng bột bao gồm cả polyme flocacbon và polyme polyeste đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế. Bằng sáng chế Mỹ US 4,916,188 bộc lộ chất phủ lai flocacbon dạng bột bao gồm nhựa flocacbon có nhóm chức hydroxyl, chất liên kết ngang di-isoxyanat bị chặn, và polyme acrylic hoặc polyeste có nhóm chức hydroxyl. Các ví dụ cho thấy hệ lai có khả năng duy trì độ bóng kém so với chất phủ flocacbon dạng bột không chứa polyme acrylic hoặc polyeste có nhóm chức hydroxyl. Các chế phẩm phủ dạng bột được điều chế bằng cách phối trộn các thành phần, sau đó trộn-làm nóng chảy hỗn hợp trong máy trộn cường độ cao, sau đó ép đùn hỗn hợp nóng chảy từ máy ép đùn được đun nóng.

Bằng sáng chế Mỹ US 6,864,316 đề xuất chế phẩm phủ dạng bột lai flocacbon gồm một polyme flocacbon cụ thể với các đơn vị vinyl versatat hoặc vinyl benzoat, polyme polyeste, và chất liên kết ngang di-isoxyanat bị chặn. Cũng trong US 6,864,316 các chế phẩm phủ dạng bột được điều chế bằng cách trộn các thành phần, sau đó trộn-làm nóng chảy hỗn hợp trong máy trộn cường độ cao, sau đó ép đùn hỗn hợp nóng chảy từ máy ép đùn được đun nóng.

Tài liệu WO 2012/048650 bộc lộ chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon thu được bằng cách trộn khô chế phẩm phủ dạng bột polyeste và chế phẩm phủ dạng bột flocacbon. Chế phẩm phủ dạng bột lai trộn khô theo WO 2012/048650 thể hiện khả năng duy trì độ bóng và độ bền thời tiết tốt hơn so với các chế phẩm phủ dạng bột lai tương tự được điều chế bằng cách trộn-làm nóng chảy hỗn hợp polyme polyeste, polyme flocacbon và chất đóng rắn.

Đã biết các chế phẩm phủ dạng bột gồm polyme flocacbon và polyme polyeste có thể dẫn đến kết quả là cấu tạo lớp tách biệt của lớp phủ tạo thành, với lớp flocacbon trên lớp polyeste. Trong tài liệu của T. Kiguchi T., và Y. Ando, *DNT Technical Report on Coatings*, No. 11, 2011, p. 8-18 (ISSN 1346-83-67), quá trình tách lớp của lớp phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon được nghiên cứu.

Đối với nhiều ứng dụng, người ta mong muốn có sự tách biệt tốt giữa lớp

flocacbon và lớp polyeste trong các lớp phủ được tạo thành từ chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon. Nếu các lớp tách biệt, có thể sử dụng tối ưu tính kết dính tốt với nền của polyeste và khả năng chịu thời tiết tốt và độ bền của lớp flocacbon. Cụ thể là trong các lớp phủ trong đó lớp polyeste ở dưới bao gồm các thành phần nhạy cảm với quá trình oxy hóa, tia cực tím hoặc quá trình tác động của thời tiết, ví dụ như các bột màu kim loại, có nhu cầu cao đối với việc tách lớp hoặc phân tầng kết hợp với khả năng chịu tác động của thời tiết.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Đã phát hiện ra rằng đạt được tách lớp rất tốt kết hợp với khả năng chịu thời tiết rất cao với chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon được trộn khô, nếu polyme polyeste có nhóm chức carboxyl được sử dụng trong chế phẩm phủ dạng bột polyeste và polyme polyeste có nhóm chức hydroxyl với trị số OH tương đối cao được sử dụng kết hợp với polyme flocacbon trong chế phẩm phủ dạng bột flocacbon.

Theo đó, sáng chế đề xuất chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon là hỗn hợp trộn khô của chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B, trong đó:

chế phẩm phủ dạng bột polyeste A bao gồm polyme polyeste thứ nhất và chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ nhất; và

chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B bao gồm polyme flocacbon, chất đóng rắn dùng cho polyme flocacbon, và polyme polyeste thứ hai và chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ hai;

trong đó tỉ lệ khối lượng giữa chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B nằm trong khoảng từ 25:75 đến 75:25,

trong đó polyme polyeste thứ nhất là polyme polyeste có nhóm chức carboxyl có trị số axit nằm trong khoảng từ 18 đến 70 mg KOH/g polyme và trong đó polyme polyeste thứ hai là polyme polyeste có nhóm chức hydroxyl có trị số hydroxyl nằm trong khoảng từ 70 đến 350 mg KOH/g polyme.

Ưu điểm quan trọng của chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon theo sáng chế là thu được cấu tạo gồm hai lớp riêng biệt, với lớp flocacbon phủ đều phía trên bảo vệ lớp polyeste bên dưới. Đối với các chế phẩm phủ dạng bột lai

polyeste-flocarbon có các thành phần liên kết với chế phẩm phủ dạng bột polyeste A tạo ra hiệu ứng thị giác cho lớp phủ tạo thành, ví dụ như bột màu tạo hiệu ứng ánh kim, hiệu ứng thị giác đó được bảo vệ chống xuống cấp tốt hơn. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocarbon theo sáng chế có thể được sử dụng để cung cấp các bề mặt lớp phủ bền với thời tiết có khả năng chịu tia cực tím và duy trì độ bóng tốt, kể cả khi bị phơi ra điều kiện thời tiết khắc nghiệt kéo dài. Cụ thể là, chế phẩm theo sáng chế có thể được sử dụng để tạo thành lớp phủ với hiệu ứng ánh kim bền kể cả khi phơi ra điều kiện thời tiết khắc khe.

Sáng chế còn đề xuất phương pháp phủ nền bao gồm các bước: cung cấp nền, phủ chế phẩm phủ dạng bột lai như mô tả trên đây lên nền, và đóng rắn chế phẩm phủ dạng bột lai đã phủ lên nền để thu được nền có lớp phủ.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Figure 1 minh họa hình mặt cắt dưới kính hiển vi quang học của các lớp phủ đã đóng rắn của bốn chế phẩm phủ dạng bột lai khác nhau không phải theo sáng chế.

Figure 2 minh họa hình mặt cắt dưới kính hiển vi quang học của các lớp phủ đã đóng rắn của hai chế phẩm phủ dạng bột khác nhau theo sáng chế (MIX 8 và MIX 9) và hai chế phẩm lai phủ dạng bột khác nhau không theo sáng chế (MIX 10 và MIX 11).

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocarbon theo sáng chế là hỗn hợp phối trộn khô của chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocarbon B. Hỗn hợp lai là hỗn hợp khô ngụ ý rằng chế phẩm lai bao gồm các hạt riêng rẽ của chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và các hạt riêng rẽ của chế phẩm phủ dạng bột flocarbon B. Tỷ lệ khối lượng giữa chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocarbon B trong chế phẩm lai nằm trong khoảng từ 25:75 đến 75:25, ưu tiên hơn là từ 30:70 đến 70:50, ưu tiên hơn là từ 35:65 đến 65:35.

Ưu tiên hơn là, chế phẩm lai không có thành phần bất kỳ khác ngoài chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocarbon B.

Chế phẩm phủ dạng bột polyeste A bao gồm polyme polyeste thứ nhất và chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ nhất. Polyme polyeste thứ nhất là polyme rắn

nhiệt với các nhóm carboxyl là nhóm chức liên kết ngang. Polyme polyeste thứ nhất là polyme polyeste có nhóm chức carboxyl có trị số axit nằm trong khoảng từ 18 đến 70 mg KOH/g polyme, ưu tiên hơn là từ 20 đến 55 mg KOH/g polyme. Polyme polyeste thứ nhất ưu tiên hơn là có trị số hydroxyl dưới 15 mg KOH/g polyme, ưu tiên hơn là dưới 10 mg KOH/g polyme, ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 8 mg KOH/g polyme, ưu tiên hơn là từ 1 đến 2 mg KOH/g polyme. Ví dụ về polyeste có nhóm chức carboxyl thương mại có thể thích hợp để dùng làm polyme polyeste thứ nhất gồm Crylcoat ® 4488-0, Uralac ® P5500, và Uralac ® P883.

Polyme polyeste thứ nhất là chất rắn ở nhiệt độ thường và có điểm hóa mềm hoặc Tg trên 30°C, ưu tiên hơn là trên 45°C, ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 48°C đến 70°C.

Chất đóng rắn là chất đóng rắn được biến đổi thích hợp để liên kết ngang polyeste thứ nhất, tức là chất có khả năng liên kết ngang các nhóm carboxyl, ưu tiên hơn là glycidyl isoxyanurat như triglycidylisoxyanurat, hoặc beta-hydroxy alkyl amit.

Ưu tiên hơn là, chế phẩm phủ dạng bột A bao gồm ít nhất 25% khối lượng, ưu tiên hơn là ít nhất 30% khối lượng, ưu tiên hơn là ít nhất 50% khối lượng là polyme polyeste thứ nhất. Chế phẩm A có thể bao gồm chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ nhất với lượng bất kỳ thích hợp để liên kết ngang các nhóm carboxyl. Ưu tiên hơn là, tổng lượng polyme polyeste thứ nhất và chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ nhất trong chế phẩm phủ dạng bột polyeste A nằm trong khoảng từ 60 đến 95% khối lượng, ưu tiên hơn là từ 70 đến 90% khối lượng, tính trên khối lượng của chế phẩm phủ dạng bột polyeste A.

Chế phẩm phủ dạng bột polyeste A ưu tiên hơn là không bao gồm polyme flocacbon. Ưu tiên hơn là, chế phẩm phủ dạng bột polyeste A về cơ bản không có polyme tạo màng bất kỳ ngoài polyme polyeste thứ nhất. Lưu ý rằng chất đóng rắn, vốn cũng có thể là polyme, không được xem là polyme tạo màng.

Chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B bao gồm polyme flocacbon, chất đóng rắn dùng cho polyme flocacbon, và polyme polyeste thứ hai và chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ hai.

Polyme flocacbon là polyme rắn nhiệt, tạo màng có nhóm chức hydroxyl.

Polyme flocacbon như vậy đã được biết trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế. Polyme flocacbon như vậy thường là các monome chưa bão hòa etylen được đồng trùng hợp chứa nối đôi cacbon-cacbon chưa bão hòa gồm lượng nhỏ monome vinyl hydroxylat và lượng lớn monome flocacbon. Ví dụ về polyme flocacbon thương mại phù hợp là Lumiflon LF710.

Polyme flocacbon rắn nhiệt được ưu tiên là các copolyme của hydroxyalkyl vinyl ete và flo-olefin, hoặc terpolyme của alkyl vinyl ete, hydroxalkyl vinyl ete, và floalkylen. Các chuỗi copolyme được cho là copolyme của các đơn vị luân phiên của trifloetylen và vinyl ete với cấu trúc mạch bên nhánh chứa nhóm chức hydroxyl sẵn sàng liên kết với hydroxyalkyl vinyl ete. Copolyme hoặc terpolyme flocacbon ưu tiên gồm từ 30 đến 70% mol là flo-olefin và từ 30 đến 70% mol là các đơn vị vinyl ete, bao gồm các đơn vị hydroxyalkyl vinyl ete. Flo-olefin ưu tiên gồm tetrafloetylen, trifloetylen và clotrifloetylen. Alkyl vinyl ete ưu tiên gồm các alkyl béo mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 2 đến 8 nguyên tử cacbon như metyl vinyl ete, etyl vinyl ete, isopropyl vinyl ete, n-butyl vinyl ete, và các ete vinyl alkyl thấp tương tự. Các ete hydroxyalkyl vinyl là các ete alkyl tương tự chứa nhóm hydroxyl có thể trên mạch alkyl. Ưu tiên hơn là, polyme flocacbon có nhóm chức hydroxyl bao gồm từ 1 đến 30% mol là các đơn vị hydroxy alkyl vinyl ete, ưu tiên hơn là từ 2 đến 5% mol. Trị số hydroxyl của polyme flocacbon có nhóm chức hydroxyl là từ 2 đến 200 mg KOH/g polyme, ưu tiên hơn là 5 đến 150 mg KOH/g polyme. Hydroxyl flocacbon đặc biệt ưu tiên là terpolyme của alkyl vinyl ete, hydroxyalkyl ete, và trifloetylen copolyme, có thể mua được trên thị trường là polyme Lumiflon.

Polyme flocacbon có nhóm chức hydroxyl đặc biệt ưu tiên gồm các đơn vị monome được đồng trùng hợp từ 45 đến 48% mol là monome flocacbon, từ 2 đến 5% mol là monome hydroxy alkyl vinyl ete, và phần còn lại là monome alkyl vinyl ete.

Polyme flocacbon có nhóm chức hydroxyl là chất rắn ở nhiệt độ thường và có điểm hóa mềm hoặc Tg trên 30°C, ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 35°C đến 50°C, số phân tử lượng trung bình từ 8.000 đến 16.000, ưu tiên hơn là 10.000 đến 14.000, được đo bằng GPC (sắc ký thẩm thấu gen) theo ASTM D 3016-78, D 3536-76, và D 3593-80.

Chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B bao gồm chất đóng rắn dùng cho polyme

flocacbon. Chất đóng rắn đó là chất đóng rắn được biến đổi thích hợp để liên kết ngang các nhóm hydroxyl trên polyme flocacbon. Ưu tiên hơn là, chất đóng rắn là hợp chất gốc di-isoxyanat có hoặc không chắn.

Ưu tiên hơn là, chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B bao gồm ít nhất 25% khối lượng, ưu tiên hơn là ít nhất 30% khối lượng là polyme flocacbon, ưu tiên hơn là ít nhất 40% khối lượng. Chế phẩm B có thể bao gồm chất đóng rắn dùng cho polyme flocacbon với lượng bất kỳ thích hợp để liên kết ngang các nhóm hydroxyl trên polyme flocacbon. Ngoài polyme flocacbon và chất đóng rắn dùng cho polyme flocacbon, chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B có thêm polyme polyeste thứ hai và chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ hai. Vì polyme polyeste thứ hai không giống polyme polyeste thứ nhất, chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ hai ưu tiên hơn là không giống chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ nhất.

Ưu tiên hơn là tỉ lệ khối lượng giữa polyme flocacbon và polyme polyeste thứ hai nằm trong khoảng từ 0,5:1 đến 4:1, ưu tiên hơn là từ 1:1 đến 3:1.

Ưu tiên hơn là, chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B về cơ bản không có polyme tạo màng bất kỳ ngoài polyme flocacbon và polyme polyeste thứ hai.

Ở đây “chế phẩm hầu như không có một hợp chất” là chỉ có bao gồm hợp chất đó với lượng dưới 0,5% khối lượng, ưu tiên hơn là dưới 0,1% khối lượng, ưu tiên hơn là dưới 0,01% khối lượng hoặc chế phẩm không có thành phần đó.

Polyme polyeste thứ hai có nhóm chức hydroxyl có trị số hydroxyl nằm trong khoảng từ 70 đến 350 mg KOH/g polyme, ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 75 đến 150 mg KOH/g polyme. Polyme polyeste có nhóm chức hydroxyl này ưu tiên hơn là có trị số axit dưới 15 mg KOH/g polyme, ưu tiên hơn là dưới 10 mg KOH/g polyme, ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ khoảng 1 đến 8 mg KOH/g polyme, ưu tiên hơn nữa là từ 1 đến 2 mg KOH/g polyme. Ví dụ về polyme polyeste có nhóm chức hydroxyl thương phẩm có trị số hydroxyl nằm trong khoảng từ 70 đến 350 mg KOH/g polyme gồm Uralac ® P1580, Crylcoat ® 2818-0, Crylcoat ® 4823-0 và Crylcoat ® 2814-0.

Chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B ưu tiên hơn là bao gồm chỉ một chất đóng rắn có khả năng đóng rắn polyme flocacbon có nhóm chức hydroxyl và polyme

polyeste thứ hai chứa nhóm chức hydroxyl. Chất đóng rắn duy nhất như vậy ưu tiên hơn là hợp chất gốc di-isoxyanat có hoặc không chắn.

Hợp chất gốc di-isoxyanat có hoặc không chắn thích hợp để làm chất đóng rắn dùng cho các polyme có nhóm chức hydroxyl đã phổ biến trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế và bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các monome, oligome hoặc polyme bị chắn và không bị chắn của isophoron di-isoxyanat, 2,4-tolylene di-isoxyanat, 2,6-tolylene di-isoxyanat, alkylene di-isoxyanat như 1,4-tetrametylen-diisoxyanat, 1,6-hexametylen di-isoxyanat, alkyl di-isoxyanat như 1,12-đodecan di-isoxyanat, 1,3- và 1,4-xyclobutan di-isoxyanat, 1,3- và 1,4-xyclohexan di-isoxyanat, phenylene di-isoxyanat và naphtalen-1,5-diisoxyanat. Ưu tiên hơn là, các nhóm chức isoxyanat tự do trong các hợp chất gốc di-isoxyanat bị chắn theo cách chúng trở thành không bị chắn và hoạt hóa dưới tác dụng của nhiệt ở nhiệt độ khoảng trên điểm nóng chảy của (các) polyme tạo màng trong lớp phủ dạng bột. Các hợp chất có thể bị chắn bằng cách sử dụng các tác nhân chắn thích hợp. Các tác nhân chắn như vậy đã phổ biến trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế và bao gồm các alcol, phenol, và ketoxim. Tác nhân chắn ưu tiên là 2-ethylhexyl alcol và caprolactam. Trong phương án khác, chất đóng rắn gốc di-isoxyanat có thể bị chắn bởi chính chúng bằng cách dime hóa hai nhóm isoxyanat tự do, tạo thành cấu trúc uretdion.

Chất đóng rắn gốc di-isoxyanat đặc biệt ưu tiên gồm hợp chất gốc di-isoxyanat bị chắn bằng caprolactam hoặc uretdion của hợp chất gốc isophoron di-isoxyanat.

Ngoài (các) polyme tạo màng và (các) chất đóng rắn dùng cho (các) polyme đó, chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B từng loại có thể có các thành phần khác thường được sử dụng trong chế phẩm phủ dạng bột. Các thành phần như vậy bao gồm bột màu, chất độn, chất kiểm soát dòng chảy, chất khử khí, và chất chống đóng khối. Các phụ gia khác bao gồm chất xúc tiến kết dính, chất ổn định ánh sáng, chất thay đổi độ bóng, chất tạo lõi lõm, chất tạo kết cấu bề mặt, chất hoạt động bề mặt, chất diệt sinh vật, và chất hóa dẻo có thể được sử dụng. Các hợp chất và chất phụ gia như vậy có thể được sử dụng với lượng thông thường.

Chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B mỗi loại có thể được điều chế trong quy trình trộn-làm nóng chảy đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực sáng chế. Thu được chế phẩm phủ dạng bột lại theo

sáng chế bằng cách phối trộn khô chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B. Quá trình trộn khô chế phẩm A và chế phẩm B như vậy có thể được thực hiện trong hệ thống thích hợp bất kỳ đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, chẳng hạn như bằng cách sử dụng máy nghiền bi hoặc máy trộn cao tốc. Hỗn hợp trộn khô của chế phẩm A và chế phẩm B sẽ chứa các hạt rời rạc của chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và các hạt rời rạc của chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B.

Theo phương án ưu tiên của sáng chế, chế phẩm phủ dạng bột polyeste A có thêm khoảng từ 0,1 đến 15% khối lượng là bột màu tạo hiệu ứng ánh kim, tính trên khối lượng của chế phẩm phủ dạng bột A. Bột màu tạo hiệu ứng ánh kim liên kết với chế phẩm phủ dạng bột polyeste A, tức là liên kết với các hạt rời rạc tạo thành chế phẩm A. Bằng cách liên kết bột màu tạo hiệu ứng ánh kim với các hạt phủ dạng bột của chế phẩm A, bột màu được phân bố đồng đều trong chế phẩm phủ dạng bột A. Liên kết bột màu rắn vào chế phẩm phủ dạng bột đã được biết trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế và thường được thực hiện bằng cách:

đun nóng chế phẩm phủ dạng bột đến nhiệt độ khoảng nhiệt độ chuyển pha thủy tinh nhưng dưới nhiệt độ đóng rắn của polyme kết dính bất kỳ trong chế phẩm phủ dạng bột, trong khí quyển trơ;

thêm bột màu dạng rắn vào chế phẩm phủ dạng bột đã đun nóng trong điều kiện có khuấy trong khi vẫn duy trì nhiệt độ đun nóng đến khi bột màu rắn liên kết với các hạt phủ dạng bột, thường là 10 đến 20 phút; và

làm nguội chế phẩm phủ dạng bột.

Ưu tiên hơn là, chế phẩm lai bao gồm từ 0,5 đến 10% khối lượng là bột màu tạo hiệu ứng ánh kim tính trên khối lượng của chế phẩm phủ dạng bột A.

Ở đây bột màu tạo hiệu ứng ánh kim có nghĩa là bột màu dạng rắn, ưu tiên hơn là bột màu kim loại, thường ở dạng vảy, chẳng hạn như nhôm, hợp kim nhôm, kim loại khác hoặc hợp kim của kim loại khác, chẳng hạn như thép không gỉ, đồng, thiếc, đồng thanh hoặc đồng thau, thường được sử dụng để tạo ra hiệu ứng ánh kim khác nhau bao gồm các hiệu ứng được gọi là hiệu ứng “ánh kim”, “lấp lánh”, “bóng láng”, hoặc “mê hoặc” hoặc “ánh ngọc trai”. Bột màu tạo hiệu ứng ánh kim có thể là hợp chất phi kim

loại, chẳng hạn như mica tạo ra hiệu ứng ánh kim.

Bột màu tạo hiệu ứng ánh kim có thể là vật liệu có hoặc không phủ. Ví dụ về vật liệu có phủ là bột màu được phủ oxit silic hoặc vật liệu vô cơ trơ khác để tăng khả năng chống hóa chất và độ bền. Trong phương án khác, bột màu có thể được phủ vật liệu chất dẻo với các mục đích tương tự, ví dụ như acrylic, PFTE, hoặc vật liệu nhựa rắn nhiệt, hoặc có thể được cung cấp trong polyme hoặc chất hóa dẻo tương thích với chất liên kết tạo màng của chế phẩm phủ dạng bột. Có khả năng khác là bột màu tạo hiệu ứng ánh kim được phủ với chất tạo màu chẳng hạn như bột màu oxit kim loại, ví dụ như oxit sắt, để tạo ra các hiệu ứng màu sắc đặc biệt.

Bột màu tạo hiệu ứng ánh kim đã phổ biến và có dạng thương phẩm. Ví dụ phù hợp của bột màu thương phẩm có hiệu ứng ánh kim gồm Standart PU Aluminium Powder (của Eckart), và SILBERCOTE PC X (của Silberline).

Bột màu như vậy thường có dạng vảy, bột hoặc hạt, ưu tiên hơn là vảy, với kích thước hạt trung bình (D50) nằm trong khoảng từ 10 đến 100 μm , ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 50 μm . Bột màu tạo hiệu ứng ánh kim đặc biệt ưu tiên là vảy nhôm có hoặc không phủ với kích thước hạt trung bình (D50) nằm trong khoảng từ 10 đến 100 μm , ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 50 μm .

Sáng chế còn đề xuất phương pháp phủ nền bao gồm cung cấp nền, phủ chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocarbon theo sáng chế lên nền, và đóng rắn chế phẩm phủ dạng bột lai được phủ lên nền để thu được nền được phủ.

Nền có thể là nền thích hợp bất kỳ để phủ dạng bột, ưu tiên hơn là nền kim loại, ưu tiên hơn là nền nhôm. Trước khi phủ chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocarbon theo sáng chế, bề mặt nền có thể được xử lý bằng quá trình xử lý bề mặt để loại bỏ các chất bẩn bất kỳ và/hoặc cải thiện khả năng chống mài mòn của nền. Quá trình xử lý bề mặt như vậy đã được biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế và thường được áp dụng đối với các bề mặt cần phủ các lớp phủ dạng bột.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được minh họa thêm bằng các ví dụ không có tính giới hạn sau đây.

Ví dụ 1

Chế phẩm phủ dạng bột polyeste A

Bảy chế phẩm phủ dạng bột polyeste khác nhau với một polyme polyeste tạo màng và chất đóng rắn dùng cho polyeste đó được điều chế. Bảng 1 trình bày các thành phần được sử dụng trong các chế phẩm phủ dạng bột polyeste khác nhau. Polyme polyeste có nhóm chức hydroxyl được sử dụng trong chế phẩm phủ dạng bột polyeste A1, A2, và A3 lần lượt là CRYLCOAT[®] 4823-0, 2818-0, và 2814-0 (của Allnex).

Bảng 1-Chế phẩm phủ dạng bột polyestes A

	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7
Trị số OH (mg KOH/g polyeste)	80	100	330				
Trị số axit (mg KOH/g polyeste)	<10	<3	<14	22	36	36	58
polyeste (% khối lượng)	57,6	54,4	32	77,2	76	75	73,6
Chất đóng rắn							
Vestagon B 1530 ^a (% khối lượng)	22,4	25,6	48				
Primid XL522 (β-hydroxyalkylamit) (% khối lượng)				2,8	4		6,3
1,3,5-triglycidyl isoxyanurat (% khối lượng)						5	
Benzion (% khối lượng)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Chất làm trơn (% khối lượng)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
TiO ₂ và chất độn (BaSO ₄) (% khối lượng)	18,5	18,5	18,5	18,5	18,5	18,5	18,5
Bột màu nhôm ^b (% khối lượng)	5	5	5	5	5	5	5

^a poly-isoxyanat chẵn caprolactam

^b Bột nhôm Standart PCU 3500 (của Eckart)

Mọi thành phần, trừ các hạt màu tạo hiệu ứng ánh kim (bột màu nhôm) trước tiên được trộn khô sau đó trộn-làm nóng chảy trong máy ép đùn kép ZSK-26, tán nhỏ và rây qua rây 200 để thu được chế phẩm phủ dạng bột polyeste không có ánh kim loại. Chế phẩm phủ dạng bột polyeste không có ánh kim này được thêm vào máy liên kết CM-3, và được đun nóng đến nhiệt độ chuyển pha thủy tinh của chất kết dính polyeste trong khí quyển nitơ. Bột màu nhôm được thêm vào máy liên kết trong khi duy trì nhiệt độ ở nhiệt độ chuyển pha thủy tinh trong 20 phút, sau đó làm nguội đến nhiệt độ thường.

Chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B

Hai chế phẩm phủ dạng bột flocacbon khác nhau với polyme flocacbon tạo màng và chất đóng rắn dùng cho polyme flocacbon đó được điều chế trong quy trình như được mô tả đối với chế phẩm phủ dạng bột polyeste A. Chế phẩm B1 bao gồm polyme flocacbon với vai trò polyme tạo màng duy nhất. B2 bao gồm polyme flocacbon và polyeste có nhóm chức hydroxyl với vai trò là các polyme tạo màng. Bảng 2 trình bày các thành phần được sử dụng trong các chế phẩm phủ dạng bột khác nhau.

Bảng 2-Chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B

	B1	B2
Polyme flocacbon (Lumiflon 710)	79	47
Polyeste*		27
Chất đóng rắn	18	22
Benzoin	0,3	0,3
Chất làm trơn	1,0	1,0
Chất chống oxy hóa	0,2	0,2
Chất phụ gia sáp	2,5	2,5

* CRYLCOAT[®] 4823-0; trị số OH là 80 mg KOH/g polyeste

Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon

Các chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon được điều chế bằng cách trộn

một trong các chế phẩm phủ dạng bột polyeste A với một trong các chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B theo tỉ lệ 50/50 khối lượng trong thiết bị trộn dùng cho vật liệu phủ dạng bột ở nhiệt độ phòng trong 2-10 phút. Các chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon được điều chế như được thể hiện trên bảng 3.

Bảng 3-Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon được điều chế

Lai	Chế phẩm phủ dạng bột polyeste A	Chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B
MIX 1 (so sánh)	A1	B1
MIX 2 (so sánh)	A2	B1
MIX 3 (so sánh)	A3	B1
MIX 4 (so sánh)	A4	B1
MIX 5 (so sánh)	A5	B1
MIX 6 (so sánh)	A6	B1
MIX 7 (so sánh)	A7	B1
MIX 8 (sáng chế)	A4	B2
MIX 9 (sáng chế)	A5	B2
MIX 10 (so sánh)	A6	B1
MIX 11 (so sánh)	A7	B1

Đánh giá các lớp phủ bằng kính hiển vi

Các chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon được phun lên tấm nhôm được xử lý trước theo quy trình xử lý bề mặt không cromat, với súng phun Corona có điện thế phun từ 60 đến 80 kV. Khoảng cách từ súng đến nền là từ 20 đến 25 cm, và dòng không khí được điều chỉnh để đạt độ dày màng sơn từ 50 đến 70 μm . Các tấm được phủ chế phẩm phủ dạng bột được đun nóng trong lò ở 200°C trong 10 đến 30

phút, để lớp phủ dạng bột có thể nóng chảy, chảy và đóng rắn.

Figure 1 thể hiện các hình ảnh mặt cắt dưới kính hiển vi quang học, cho thấy sự tách pha trong các lớp phủ đã đóng rắn của các chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocarbon: MIX 4, MIX 5, MIX 6 và MIX 7, được điều chế bằng cách trộn khô chế phẩm phủ dạng bột polyeste A với polyme polyeste có nhóm chức carboxyl (lần lượt A4, A5, A6, và A7) với chế phẩm flocarbon dạng bột B với polyme flocarbon với vai trò là polyme tạo màng duy nhất (B1).

Figure 2 thể hiện các hình ảnh mặt cắt dưới kính hiển vi quang học, cho thấy sự tách lớp pha thực tế trong các lớp phủ đã đóng rắn của các chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocarbon theo sáng chế MIX 8 và MIX 9, và trong các lớp phủ đã đóng rắn của các chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocarbon không theo sáng chế, MIX 10 và MIX 11 (có thành phần giống MIX 6 và MIX 7). MIX 8 và MIX 9 được điều chế bằng cách trộn khô chế phẩm phủ dạng bột polyeste A với polyme polyeste có nhóm chức carboxyl (lần lượt A4 và A5) với chế phẩm flocarbon dạng bột B với polyme flocarbon và polyme polyeste có nhóm chức hydroxyl với trị số hydroxyl cao (B2).

Có thể thấy trên figure 1 và figure 2 rằng các lớp phủ được tạo thành với các chế phẩm phủ dạng bột lai so sánh MIX 4, MIX 5, MIX 6, MIX 7, MIX 10 và MIX 11 không thể hiện sự tách pha tốt. Việc sử dụng polyme polyeste carboxylic trong chế phẩm phủ dạng bột A kết hợp với polyme polyeste có nhóm chức hydroxyl (với trị số hydroxyl ít nhất 70 mg KOH/g polyeste) trong chế phẩm phủ dạng bột B dẫn đến kết quả là sự tách pha tốt (MIX 8 và MIX 9).

Ví dụ 2

Độ bóng của các nền nhôm được phủ các chế phẩm phủ dạng bột lai theo sáng chế MIX 8 và MIX 9, chế phẩm phủ dạng bột polyeste A1-A7, và các chế phẩm phủ dạng bột lai so sánh MIX 1-3 và MIX 10 và MIX 11 (tất cả được phủ như mô tả trong ví dụ 1), được xác định theo ISO2813. Độ bóng được xác định trực tiếp sau khi sản xuất ($t=0$; độ bóng ban đầu). Sau đó các nền được phủ được phơi ra ánh sáng mạnh từ đèn Xenon. Độ bóng được đo sau những khoảng thời gian nhất định. Trên bảng 4 và bảng 5, khả năng duy trì độ bóng được cho đối với các lớp phủ khác nhau. Khả năng duy trì độ bóng là độ bóng đo được dưới dạng tỉ lệ phần trăm so với độ bóng ban đầu (độ bóng ban đầu được đặt là 100%).

Bảng 4-Kết quả về khả năng duy trì độ bóng (tính bằng %; độ bóng ban đầu là 100%)

Thời gian thử nghiệm (giờ)	A1	A2	A3	MIX 1 so sánh	MIX 2 so sánh	MIX 3 so sánh
0	100	100	100	100	100	100
1000	100,9	100,8	95	101,3	101	102,5
2000	97	96,6	88	101	98	101,6
3000	93	93	-	97,9	95	91
4000	82	86	-	99	90	90
5000	-	-	-	91	89	-

Bảng 5-Kết quả về khả năng duy trì độ bóng (tính bằng %; độ bóng ban đầu là 100%)

Thời gian thử nghiệm (giờ)	A4	A5	A6	A7	MIX 8 theo sáng chế	MIX 9 theo sáng chế	MIX 10 so sánh	MIX 11 so sánh
0	100	100	100	100	100	100	100	100
1000	99	91,5	100	94	103	108	105,3	102,5
2000	92	91	103,2	92	101	106	102,3	99,4
3000	90	92	96,9	91	101	105	101,1	93
4000	86	89	84,5	89	100	104,6	99,8	92
5000	-	-	-	-	95	97	92,1	91

Ví dụ 3

Các lớp phủ đã đóng rắn được điều chế với MIX 8 và với MIX 9 được đưa vào một loạt thử nghiệm theo các phương pháp thử nghiệm tiêu chuẩn. Kết quả thử nghiệm được trình bày trên bảng 6.

Bảng 6-Kết quả thử nghiệm

Mục thử nghiệm	Tiêu chuẩn	Kết quả Thử nghiệm
Độ cứng màng khô	AAMA2605-05, 7.3	ĐẠT
Độ dính khô	AAMA2605-05, 7.4.1.1 Qualicoat 14 th - Class 3, 2.4.1	ĐẠT
Độ dính ướt	AAMA2605-05, 7.4.1.2 Qualicoat 14 th - Class 3, 2.4.2	ĐẠT
Khả năng chịu tác động	AAMA2605-05, 7.5 Qualicoat 14 th - Class 3, 2.8	ĐẠT
Khả năng chống mài mòn	AAMA2605-05, 7.6	ĐẠT
Khả năng chịu axit nitric	AAMA2605-05, 7.7.3	ĐẠT
Khả năng chịu chất tẩy rửa	AAMA2605-05, 7.7.4	ĐẠT
Khả năng chịu chất tẩy rửa cửa sổ	AAMA2605-05, 7.7.5	ĐẠT
Khả năng chịu ẩm	AAMA2605-05, 7.8.1	ĐẠT
Khả năng chịu phun muối trung tính	AAMA2605-05, 7.8.2	ĐẠT
Khả năng chịu phun muối axit axetic	Qualicoat 14 th - Class 3, 2.10	ĐẠT
Khả năng chịu vữa	AAMA 2605-05, 7.7.2 Qualicoat 14 th - Class 3, 2.15	ĐẠT

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon là hỗn hợp trộn khô của chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B, trong đó:

chế phẩm phủ dạng bột polyeste A bao gồm polyme polyeste thứ nhất và chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ nhất; và

chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B bao gồm polyme flocacbon, chất đóng rắn dùng cho polyme flocacbon, và polyme polyeste thứ hai và chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ hai;

trong đó tỉ lệ khối lượng giữa chế phẩm phủ dạng bột polyeste A và chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B nằm trong khoảng từ 25:75 đến 75:25,

trong đó polyme polyeste thứ nhất là polyme có nhóm chức carboxyl có trị số axit nằm trong khoảng từ 18 đến 70 mg KOH/g polyme và trong đó polyme polyeste thứ hai là polyme polyeste có nhóm chức hydroxyl có trị số hydroxyl nằm trong khoảng từ 70 đến 350 mg KOH/g polyme.

2. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon theo điểm 1, trong đó polyme polyeste thứ hai có trị số hydroxyl nằm trong khoảng từ 75 đến 150 mg KOH/g polyme.

3. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon theo điểm 1 hoặc 2, trong đó polyme polyeste thứ nhất là polyme có nhóm chức carboxyl có trị số axit nằm trong khoảng từ 20 đến 55 mg KOH/g polyme.

4. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ nhất là glyxiđyl isoxyanurat, ưu tiên hơn là triglyxiđylisoxyanurat, hoặc beta-hydroxy alkyl amit.

5. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chế phẩm phủ dạng bột polyeste A bao gồm ít nhất 30% khối lượng là polyme polyeste thứ nhất.

6. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B bao gồm ít nhất 30% khối lượng là polyme flocacbon.

7. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chế phẩm phủ dạng bột polyeste A không chứa polyme flocacbon, ưu tiên hơn là về cơ bản không có polyme tạo màng bất kỳ ngoài polyme polyeste thứ nhất.

8. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B về cơ bản không có polyme tạo màng bất kỳ ngoài polyme flocacbon và polyme polyeste thứ hai.

9. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó tỉ lệ khối lượng giữa polyme flocacbon và polyme polyeste thứ hai nằm trong khoảng từ 0,5:1 đến 4:1.

10. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chất đóng rắn dùng cho polyme flocacbon là hợp chất chứa diisoxyanat, ưu tiên hơn là hợp chất chứa diisoxyanat bị chặn.

11. Chế phẩm phủ dạng bột lai polyeste-flocacbon theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chế phẩm phủ dạng bột flocacbon B bao gồm chỉ một chất đóng rắn là chất đóng rắn dùng cho polyme flocacbon và chất đóng rắn dùng cho polyme polyeste thứ hai.

12. Chế phẩm phủ dạng bột lai theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chế phẩm phủ dạng bột polyeste A có thêm 0,1 đến 15% khối lượng là bột màu tạo hiệu ứng ánh kim, tính trên khối lượng chế phẩm phủ dạng bột polyeste A, trong đó bột màu tạo hiệu ứng ánh kim liên kết với chế phẩm phủ dạng bột polyeste A.

13. Phương pháp phủ nền bao gồm các bước:

cung cấp nền;

phủ chế phẩm phủ dạng bột lai theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên lên nền;

và

đóng rắn chế phẩm phủ dạng bột lai được phủ lên nền để thu được nền được phủ.

14. Phương pháp theo điểm 13, trong đó nền là nền kim loại, ưu tiên hơn là nền nhôm.

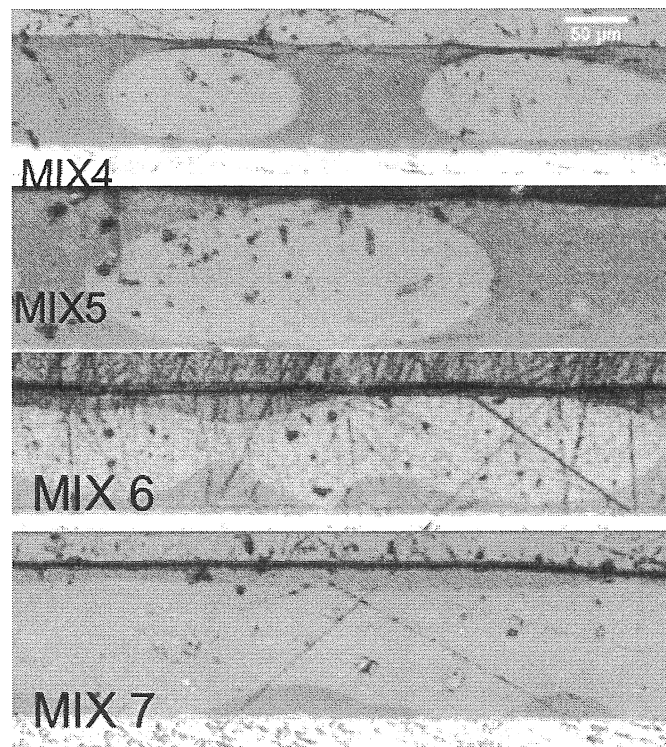


Figure 1

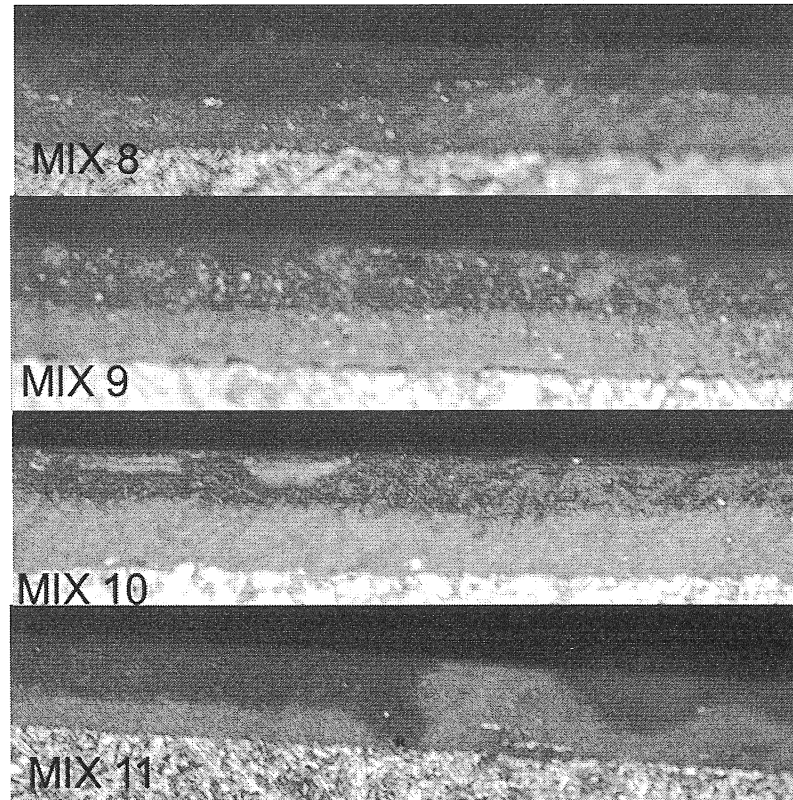


Figure 2