



(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)



1-0034558

(51)⁷ C09D 7/00

(13) B

(21) 1-2014-01619

(22) 23/10/2012

(86) PCT/EP2012/070907 23/10/2012

(87) WO2013/060657 02/05/2013

(30) 11186773.5 26/10/2011 EP

(45) 25/01/2023 418

(43) 25/09/2014 318A

(73) AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL B.V. (NL)

Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem, The Netherlands

(72) EMMETT Simon Nicholas (GB); PEREZ-AMOROS Javier (ES); WHEELER Stephen Arthur (GB); WOODS Anthony David (GB); LEDINGHAM Katherine Mary (NZ); HORNY Julie Anne (FR).

(74) Công ty TNHH Tư vấn sở hữu trí tuệ Việt (VIET IP CO.,LTD.)

(54) CHẾ PHẨM SƠN NƯỚC, PHƯƠNG PHÁP SƠN VÀ CẤU TRÚC CÓ BỀ MẶT ĐƯỢC SƠN BẰNG CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm sơn nước có suất tiêu thụ năng lượng thấp và không chứa dung môi hữu cơ dễ bay hơi, đặc biệt là các sơn màu có độ bóng từ thấp đến trung bình, còn được gọi là sơn mờ hoặc sơn bóng nhẹ. Cụ thể, sáng chế đề cập đến chế phẩm sơn nước có hàm lượng thể tích chất tạo màu nằm trong khoảng từ 70% đến 80% và có độ bóng nhỏ hơn 30% khi đo ở 85°. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp sơn vật phẩm và cấu trúc có bề mặt được sơn bằng chế phẩm này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm sơn màu có suất tiêu thụ năng lượng thấp không chứa dung môi hữu cơ dễ bay hơi, đặc biệt là các sơn màu đỏ có độ bóng từ thấp đến trung bình, còn được gọi là sơn mờ hoặc sơn bóng nhẹ. Cụ thể, sáng chế đề cập đến sơn có hàm lượng thể tích chất tạo màu nằm trong khoảng từ 70 đến 80% và có độ bóng nhỏ hơn 30% khi đo ở 85°.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các sơn màu sáng thường chứa titan đioxit, TiO_2 , với hàm lượng cao. Sở dĩ như vậy là vì các sắc màu này chủ yếu là màu trắng với một lượng nhỏ màu không trắng. Titan đioxit là nguồn tốt nhất để tạo độ trắng do nó có chỉ số khúc xạ cao hơn so với chất kết dính thông thường được sử dụng trong sơn. Đáng tiếc là, cần phải dùng nhiều năng lượng để chiết tách TiO_2 ra khỏi đất và sau đó tinh chế. Thực tế, trong các sơn màu nhạt/ màu sáng có hàm lượng thể tích chất tạo màu cao (Pigment Volume Content – PVC) đã biết, ví dụ, các sơn có sắc màu trắng mờ và sáng mờ như được mô tả dưới đây, hàm lượng TiO_2 cao (thường nằm trong khoảng 10 đến 20% thể tích) dùng để đạt được màu sắc và độ mờ đục mong muốn là thành phần đóng góp chính vào tổng suất tiêu thụ năng lượng của sơn.

Suất tiêu thụ năng lượng được hiểu là năng lượng cần thiết để chiết tách, tinh chế và tạo ra các thành phần của sơn; và năng lượng cần thiết để sản xuất ra chính sơn này.

Do hầu hết năng lượng được tạo ra bằng cách đốt cháy nhiên liệu hoá thạch, nên suất tiêu thụ năng lượng cao thường dẫn đến mức phát thải cacbon đioxit cao – do đó người ta sử dụng đơn vị đo thay thế “ CO_2 ẩn” để chỉ suất tiêu thụ năng lượng.

Ảnh hưởng bất lợi của sự phát thải này đối với môi trường toàn cầu, đặc biệt là đối với thay đổi khí hậu, đã được thừa nhận rộng rãi. Do đó, cần phải giảm năng lượng cần tiêu thụ để sản xuất sơn này.

Một cách để làm điều này là giảm hàm lượng TiO_2 của sơn. Tuy nhiên, cách này lại làm giảm độ mờ đục của lớp sơn khi khô và, mặc dù mỗi lớp sơn khô có thể có suất tiêu thụ năng lượng thấp hơn, nhưng vẫn cần có thêm các lớp sơn bổ sung để đạt được độ mờ đục. Do vậy, lợi ích bất kỳ có thể có được sẽ mất đi hoặc ít nhất là bị giảm một cách đáng kể. Các cách khác là thay thế một phần hoặc toàn bộ TiO_2 bằng các chất độn tạo màu như đá phấn. Mặc dù các chất độn này cần ít năng lượng để chiết tách và tinh chế hơn so với TiO_2 , nhưng chỉ số khúc xạ thấp hơn của các chất độn này lại gần giống với chất kết dính được sử dụng trong sơn. Như vậy, chúng không làm tán xạ ánh sáng tốt như TiO_2 và để bù cho lượng TiO_2 giảm thì cần phải bổ sung nhiều hơn chất độn vào sơn để đạt được màu sắc và độ mờ đục chuẩn. Tuy nhiên, việc bổ sung này lại làm gia tăng thêm mức PVC, cuối cùng đến mức làm cho không khí bị giữ lại trong màng sương khô. Mặc dù việc không khí bị giữ lại như vậy giúp làm tăng độ mờ đục nhưng nó cũng thường làm cho độ bền cọ rửa ướt kém hơn.

Một cách để có thể khắc phục được tình thế này là sử dụng đất sét nung vì nó có độ mờ đục tốt và có độ bền cọ rửa tốt hơn. Tuy nhiên, việc sản xuất đất sét nung đòi hỏi đất sét phải được nung nóng đến 1000°C , do đó sẽ tiêu thụ nhiều năng lượng. Rõ ràng là, cách làm này sẽ không tiết kiệm được một cách đáng kể năng lượng và do đó không phải là phương án lựa chọn được ưu tiên.

Patent Mỹ số US 4,277,385 đã bộc lộ chế phẩm sơn chứa dung môi hữu cơ dễ bay hơi có PVC nằm trong khoảng từ 75 đến 85% và còn chỉ ra rằng để tránh rạn nứt cho màng sơn có PVC cao, chế phẩm cần phải không chứa chất tạo màu vô cơ không cản quang (tên gọi khác của chất độn) chủ yếu bằng cách thay thế chúng bằng các hạt polyme rắn không tạo màng. Tuy nhiên, tài liệu đó không tìm cách làm giảm thiểu hàm lượng TiO_2 trong các chế phẩm này và do đó vẫn chưa giải quyết được vấn đề về suất tiêu thụ năng lượng cao và mức phát thải CO_2 cao.

Đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP 0113435 đã mô tả sơn nước có hàm lượng TiO_2 thấp với mức PVC nằm trong khoảng từ 20% đến 80%. Đơn này đề cập đến việc sử dụng hỗn hợp chứa các hạt polyme rỗng được tạo màu và các hạt polyme mờ đục lớn hơn có các vi lỗ - nhưng không có chất tạo màu, để thay thế TiO_2 trong khi vẫn duy trì được độ bền đánh bóng/cọ rửa. Tuy nhiên, đơn này cũng chỉ ra rằng, bản

thân các hạt polyme rỗng được tạo màu này đã chứa TiO_2 và do vậy làm tăng đáng kể hàm lượng TiO_2 . Cách này làm giảm, nếu có, không đáng kể tổng suất tiêu thụ năng lượng của sơn. Các hạt polyme rỗng được tạo màu là các hạt polyme chứa cả lẫn các vi lỗ TiO_2 . Đã biết các sơn như vậy chứa dung môi hữu cơ dễ bay hơi.

Người tiêu dùng và các nhà lập pháp trên toàn thế giới ngày càng yêu cầu lượng dung môi hữu cơ dễ bay hơi trong chế phẩm sơn phải được giữ ở mức tối thiểu hoặc các chế phẩm này phải không chứa các dung môi như vậy. Đây là một vấn đề quan trọng trong chế phẩm sơn có chất kết dính với lượng đủ để điền đầy các khoảng trống giữa các thành phần không tạo màng, tức là bằng hoặc thấp hơn mức PVC với hàm lượng cao.

Do vậy, cần có chế phẩm sơn cải tiến có hàm lượng TiO_2 thấp và do đó có suất tiêu thụ năng lượng thấp trong khi vẫn có độ mờ đục tốt và độ bền cọ rửa tốt và cũng không chứa dung môi hữu cơ dễ bay hơi.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, sáng chế đề xuất chế phẩm sơn màu nước chứa PVC với lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 80% tính theo tổng thể tích chất rắn của lớp sơn khi khô, trừ khi có chỉ dẫn khác, bao gồm:

a) các hạt chất tạo màu cản quang chứa:

- i) titan đioxit với lượng nằm trong khoảng từ 4 đến 10%
- ii) các hạt polyme rỗng với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 20%

b) các hạt chất độn không cản quang chứa:

- i) canxi magie cacbonat và/hoặc
- ii) canxi cacbonat và/hoặc
- iii) nephelin syenit và/hoặc
- iv) cao lanh

trong đó i) + ii) + iii) + iv) = 40 đến 75% và iv) nằm trong khoảng từ 0 đến 45%

c) các hạt chất kết dính polyme styren-acrylic có nhiệt độ Tg tính theo công thức Fox nằm trong khoảng từ -30 đến 5°C có chỉ số axit nằm trong khoảng từ 15 đến 65mg KOH/g polyme, và trong đó các hạt polyme này thu được từ các monome acrylic tùy ý còn chứa các dẫn xuất của styren

d) chất phân tán là không tan trong nước có độ pH = 3

trong đó chế phẩm này không chứa dung môi kết tụ không bay hơi.

Tốt hơn là, chế phẩm này không chứa dung môi kết tụ không bay hơi.

Dung môi kết tụ là dung môi, thường là dung môi hữu cơ, cho phép các hạt chất kết dính polyme tạo ra màng ở nhiệt độ thấp hơn so với nhiệt độ mà chúng thường sẽ tạo màng. Dung môi có được tác dụng này là nhờ việc làm giảm Tg hiệu dụng của polyme (có thể được xác định bằng cách đo). Dù không muốn bị ràng buộc bởi điều này, đã cho rằng dung môi kết tụ làm dẻo hoá và làm mềm ít nhất các vùng bên ngoài của các hạt chất kết dính polyme cho phép các hạt này kết tụ khi pha nước bay hơi.

Tốt hơn nữa, hàm lượng thể tích chất tạo màu là nằm trong khoảng từ 71 đến 80, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 72 đến 80, thậm chí còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 72 đến 79 và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 73 đến 78%. Sự chênh lệch bất kỳ giữa PVC thực tế và tổng của a) và b) được bù bằng các chất tạo màu độn không cản quang như được xác định dưới đây.

Tốt hơn là, các chất tạo màu cản quang là màu trắng.

Tốt hơn nữa nếu các hạt chất tạo màu cản quang bao gồm TiO_2 và các hạt polyme rỗng. Thậm chí còn tốt hơn nữa nếu các hạt chất tạo màu cản quang bao gồm chỉ TiO_2 . TiO_2 được sản xuất bằng quy trình clorua đã biết là được ưu tiên theo sáng chế này vì nó cần ít năng lượng để sản xuất và do đó lớp sơn có lượng CO_2 ẩn ít hơn.

Tốt hơn nếu titan đioxit ở dạng rutin vì dạng anataza là chất tán xạ ít có hiệu quả hơn và do đó cần nhiều hơn để đạt được cùng độ mờ đục.

Tốt hơn, nếu TiO_2 chiếm từ 4 đến 9, tốt hơn nữa là từ 4 đến 8, thậm chí còn tốt hơn nữa là từ 5 đến 8, và tốt hơn nữa là từ 5 đến 7 và tốt nhất là từ 6 đến 7% thể tích của chế phẩm.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các hạt polyme rỗng, tốt hơn là các hạt polyme hình cầu cũng có thể được sử dụng để tạo ra độ mờ đục màu trắng. Các hạt thích hợp như vậy bao gồm lỗ rỗng chiếm trong khoảng từ 30% đến 50% thể tích hạt. Các hạt như vậy có thể mua được ở dạng huyền phù nước dưới tên thương mại RopaqueTM. Tuy nhiên, tốt hơn là chế phẩm chứa chất màu polyme trắng hình cầu rỗng như vậy chiếm với lượng nhỏ hơn 10% thể tích bởi vì chúng đóng góp đáng kể vào hiệu suất tiêu thụ năng lượng của sơn. Ngoài ra, chúng có xu hướng tạo ra ánh bóng không mong muốn cho màng sơn khô sau khi làm khô. Tốt hơn nữa là chế phẩm này không chứa các hạt polyme rỗng như vậy.

Tương tự, đất sét nung, chất nhuộm màu trắng có thể được sử dụng để thay thế một phần cho TiO_2 . Tuy nhiên, do bản thân quá trình sản xuất đất sét nung cần nhiều năng lượng, nên việc vận hành phải thận trọng để hạn chế lượng đất sét nung được sử dụng trong chế phẩm. Để tận dụng tối đa việc tiết kiệm năng lượng, sẽ tốt hơn nếu chế phẩm tạo lớp sơn khi không chứa đất sét nung. Tuy nhiên, tốt hơn là có thể sử dụng đất sét nung lên đến 30% thể tích, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5% đến 20% thể tích và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 10% đến 15% thể tích. Tốt hơn là tránh sử dụng các hạt polyme màu rỗng.

Tất nhiên, chất nhuộm màu cản quang có sắc độ khác nhau cũng có thể được bổ sung vào chế phẩm theo sáng chế, ngoài các hạt màu cản quang khác, để tạo ra màu nhạt được mô tả chi tiết hơn trong phần dưới đây.

Hạt chất độn không cản quang được hiểu là các hạt vô cơ có chỉ số khúc xạ giống hoặc tương tự với chỉ số khúc xạ của polyme kết dính. Do độ bền mờ đục của vật liệu hạt là hệ quả của sự khác nhau về chỉ số khúc xạ của vật liệu và môi trường mà nó được phân tán và cỡ hạt của nó, các chất độn này về cơ bản được xem là chất không cản quang, xem các trang từ 35 đến 37, Paint and Surface Coating – theory and practice do R.Lambourne biên tập và John Wiley and Sons xuất bản. Điều đó không có nghĩa là chúng không đóng góp vào độ mờ đục mà chỉ đóng góp nhỏ hơn so với TiO_2 .

Chất độn thường không phải là màu trắng tinh khiết và có thể tạo ra một số sắc độ trắng hoặc vàng cho lớp sơn.

Ví dụ thích hợp về hạt chất độn không cản quang bao gồm canxi magie cacbonat, canxi cacbonat, nephelin syenit, cao lanh, bột talc, silic oxit, silic oxit diatomit, mi ca và canxi sulphat. Tốt hơn là, hạt chất độn không cản quang được chọn từ nhóm bao gồm canxi magie cacbonat, canxi cacbonat, nephelin syenit và cao lanh. Tốt hơn là, hạt chất độn không cản quang được chọn từ nhóm bao gồm canxi magie cacbonat, canxi cacbonat, nephelin syenit và cao lanh. Còn tốt hơn nữa là chúng được chọn từ nhóm bao gồm canxi magie cacbonat, canxi cacbonat và cao lanh.

Khoáng đã biết ở dạng dolomit là nguồn canxi magie cacbonat, $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ tiện lợi và hiệu quả về mặt kinh tế. Dolomit là nguồn canxi magie cacbonat được ưu tiên để sử dụng theo sáng chế. Nó có thể ở dạng bột với các cỡ hạt trung bình khác nhau.

Dạng canxi cacbonat thích hợp bao gồm canxit trong đó bao gồm canxit kết tủa. Socal P3 là một ví dụ về canxi cacbonat kết tủa thích hợp ở dạng canxit. Canxi cacbonat nghiền thích hợp là Omyacoat 850 OG.

Nephelin syenit có thể được sử dụng để thay thế một phần hoặc toàn bộ canxi cacbonat cao lanh, $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, là một loại đất sét. Bổ sung cao lanh trên 45% thể tích vào chế phẩm (tính theo lớp sơn khi khô) dẫn đến việc độ bền chà xát kém. Hơn nữa, ở mức cao lanh như vậy, độ nhớt của lớp sơn quá cao để cho phép đưa lên chế phẩm lên một cách dễ dàng bằng cách sử dụng các kỹ thuật ứng dụng thông thường như máy lăn sơn hoặc chổi sơn và cho phép sơn chảy để tạo ra một lớp hoàn thiện trơn bóng chấp nhận được. Có lợi nếu lượng cao lanh nằm trong khoảng từ 0,5 đến 45; tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 35, thậm chí còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 35 và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 15 đến 30% thể tích.

Tốt hơn là, các hạt chất độn không cản quang chiếm từ 50 đến 75, tốt hơn nữa là từ 50 đến 70 và tốt nhất là từ 55 đến 65% thể tích của lớp sơn khi khô.

Có lợi, nếu hạt chất độn có cỡ hạt trung bình $d_{50} \leq 2$ micron phải chiếm từ 20% đến 50% tổng thể tích chất rắn của lớp sơn khi khô. Điều này đảm bảo rằng các hạt TiO_2 được đặt cách nhau đủ để sự tán xạ có hiệu quả và vì vậy độ mờ đục được tối ưu hoá.

Cỡ hạt của chất độn được ước lượng là đường kính d_{50} . Điều này có nghĩa là 50% hạt theo thể tích là dưới đường kính này.

Để đơn giản, thuật ngữ “polyme” được sử dụng trong bản mô tả này được sử dụng chỉ cả copolyme, bao gồm hai hoặc nhiều loại monome.

Chất kết dính bao gồm huyền phù nước chứa các hạt chất kết dính polyme styren-acrylic, thường được gọi là latec. Tốt hơn nữa nếu huyền phù này được tạo ra bằng cách sử dụng các phương pháp polyme hoá nhũ tương.

Polyme styren-acrylic là copolyme của styren và/hoặc các dẫn xuất của nó và các monome acrylic.

Thích hợp, nếu dẫn xuất styren như vậy bao gồm α -methyl styren và vinyl toluen. Tuy nhiên, styren là được ưu tiên hơn. Tốt hơn là, mức styren cần chiếm ít nhất 20% trọng lượng của polyme.

Các monome acrylic thích hợp bao gồm alkyl các este của acrylic hoặc axit metacrylic như methyl metacrylat, ethyl metacrylat, butyl metacrylat, ethyl acrylat, butyl acrylat, hexyl acrylat, n-octyl acrylat, lauryl metacrylat, 2-ethylhexyl metacrylat, nonyl acrylat, decyl acrylat, benzyl metacrylat, isobutyl metacrylat, isobornyl metacrylat, các este hydroxyalkyl của các axit này như 2-hydroxyethyl acrylat, 2-hydroxyethyl metacrylat, và 2-hydroxypropyl metacrylat.

Thậm chí, được ưu tiên hơn là chất kết dính polyme thu được từ styren, butyl acrylat và axit dễ copolyme hoá. Tốt nhất là, axit dễ copolyme hoá là axit acrylic và/hoặc axit metacrylic.

Tốt hơn là, mức chất kết dính trong sơn nằm trong khoảng từ 5 đến 20%, tốt hơn nữa là 5 đến 15 và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 8 đến 15% tính theo thể tích chất rắn.

Tốt hơn là, chỉ số axit của polyme nằm trong khoảng từ 15 đến 60, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15 đến 55, thậm chí còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15 đến 45 và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 16 đến 30mg KOH/g polyme không bay hơi. Chỉ số axit dưới mức 15mg KOH/g polyme sẽ làm cho sơn sau khi khô có độ bền cọ

rửa ướt kém hơn, đồng thời chỉ số axit trên mức 65mg KOH/g polyme thường làm giảm độ bền cọ rửa ướt của sơn sau khi khô.

Chỉ số axit được thay đổi bằng cách copolyme hoá các monome có nhóm chức axit thành polyme bao gồm các hạt. Các monome thích hợp như vậy bao gồm axit acrylic, axit metacrylic và axit maleic hoặc anhydrit của nó. Tốt hơn nếu axit được sử dụng là axit acrylic.

Các polyme có cỡ hạt trung bình không quá $0,3\mu\text{m}$ là được ưu tiên vì chúng liên kết tốt hơn với các thành phần dạng hạt của chế phẩm.

Tốt hơn là, cỡ hạt trung bình số của các hạt polyme nằm trong khoảng từ $0,05$ đến $0,30\mu\text{m}$, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ $0,07$ đến $0,15\mu\text{m}$ và tốt nhất là nằm trong khoảng từ $0,08$ đến $0,14\mu\text{m}$. Con số dùng để chỉ đường kính của các hạt này. Cỡ hạt nhỏ hơn là được ưu tiên vì nó làm cải thiện độ bền cọ rửa, điều này là đặc biệt quan trọng đối với PVC cao theo sáng chế.

Tg, của polyme kết dính có thể được điều chỉnh bằng cách lựa chọn monome và lượng tương đối của mỗi polyme.

Tốt hơn là, nhiệt độ này nằm trong khoảng từ 6°C đến 21°C , tốt hơn nữa là trong khoảng từ 6°C đến 19°C , còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 6°C đến 16°C .

Nhiệt độ chuyển hoá thuỷ tinh, Tg, của chất kết dính polyme có thể được điều chỉnh bằng cách lựa chọn các monome và lượng tương đối của mỗi polyme. Tg cần phải nằm trong khoảng từ -30 đến 5°C vì cao hơn giới hạn trên, thì độ bền cọ rửa ướt là không thể chấp nhận được và dưới -30°C , thì suất tiêu thụ năng lượng là cao không thể chấp nhận đối với các polyme styren-acrylic. Tốt hơn là, Tg của chất kết dính là nằm trong khoảng từ -25 đến 0°C , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ -20 đến 0°C , thậm chí còn tốt hơn nữa là -20 đến -5°C .

Để tránh nghi ngờ, viện dẫn bất kỳ đến Tg trong bản mô tả này là nói đến nhiệt độ Tg tính theo công thức Fox, trừ khi có chỉ dẫn khác.

Chất phân tán chất tạo màu nói chung chứa phần ưa nước và phần kỵ nước và, tùy thuộc vào bản chất của môi trường phân tán và bề mặt chất tạo màu, một phần sẽ có ái lực lớn hơn đối với bề mặt chất tạo màu và phần còn lại sẽ có ái lực đối với môi

trường phân tán. Bằng cách này có thể tạo ra được thể phân tán ổn định của chất tạo màu được phân tán trong môi trường.

Theo sáng chế, chất phân tán là cần thiết để phân tán và làm ổn định chất tạo màu cảm quang không phải là polyme (kể cả chất tạo màu có màu bất kỳ) và các hạt chất độn không cảm quang.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các chất phân tán thích hợp để sử dụng theo sáng chế hầu như kỵ nước. Thang đo hiện có, thang đo HLB (hydrophilic-lipophilic balance (cân bằng ưa nước – ưa chất béo)), là phương pháp đo cân bằng ưa nước – ưa chất béo của chất phân tán. Đáng tiếc là, phương pháp được sử dụng để xác định HLB là tốn thời gian và phức tạp. Vì vậy, các tác giả sáng chế đã nghĩ ra thử nghiệm đơn giản để xác định liệu chất phân tán được thử nghiệm có thích hợp để sử dụng theo sáng chế hay không. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các chất phân tán thích hợp là các chất không tan trong nước đã được axit hoá và đã được khử khoáng có độ pH = 3 ở nồng độ 0,5% trọng lượng. Thử nghiệm đơn giản được mô tả dưới đây là để cho phép nhận biết chất phân tán thích hợp.

Các chất phân tán không đáp ứng yêu cầu này tạo ra các màng sơn khi khô có độ bền cọ rửa ướt không thể chấp nhận được.

Các chất phân tán thích hợp bao gồm Orotan 731 và 2002 (cả hai đều là sản phẩm của Dow), Coadis 123K (là sản phẩm của Coatex Inc), Sokolan CP9 (là sản phẩm của BASF), Hydropalat 34 (là sản phẩm của Cognis) và Anti Terra 250 (là sản phẩm của BYK). Tốt hơn nữa, nếu chất phân tán được chọn từ nhóm bao gồm hoặc bao gồm Orotan 730 và 2002, Coadis 123K, Sokolan CP9 và Hydropalat 34.

Tốt hơn là chế phẩm này chứa chất làm đặc carboxy methyl xenluloza với lượng nhỏ hơn 2,5% thể tích, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 1,5% thể tích, thậm chí còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn 1,0% thể tích và tốt nhất là không chứa chất làm đặc carboxy methyl xenluloza.

Tốt hơn là, trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng của chất phân tán ít nhất là 3500, tốt hơn nữa là 4500 và tốt nhất là 6000 dalton. Tốt hơn, nếu giới hạn trên của trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng là 50000 dalton, tốt hơn nữa là 40000,

thậm chí còn tốt hơn nữa là 30000, vẫn còn tốt hơn nữa là 20000 và tốt nhất là 15000 dalton. Trọng lượng phân tử trung bình được ưu tiên nhất của chất phân tán là nằm trong khoảng từ 3500 đến 20000 dalton.

Mặc dù lượng chất phân tán cần thiết có thể được xác định bằng cách thử nghiệm thông thường, nhưng một phiên bản của phương pháp điểm dòng chảy Daniel có thể được sử dụng để ước tính lượng cần thiết này.

Phương pháp thích hợp để ước tính nhu cầu chất phân tán bao gồm các bước sau: i) bổ sung từ từ chất phân tán vào huyền phù nước chứa chất tạo màu cần quang không phải là polyme (kể cả chất tạo màu có màu bất kỳ) và các hạt chất độn và điều chỉnh độ nhớt của hỗn hợp thu được để xác định độ nhớt nhỏ nhất và ii) xác định lượng tối thiểu của chất phân tán được bổ sung để đạt được độ nhớt nhỏ nhất làm nhu cầu chất phân tán.

Một phương pháp được ưu tiên hơn được mô tả trong phần các phương pháp thử nghiệm.

Các chất làm đặc thuộc loại chất làm đặc không ion tổng hợp kết hợp (NSAT), nhũ tương dễ trương nở kiềm tính được cải biến về tính kỵ nước (HASE), chất làm đặc kết hợp (ASST) và chất làm đặc uretan etoxylat hoá được cải biến về tính kỵ nước (HEUR) là được ưu tiên hơn so với loại chất làm đặc xenluloza. Tốt hơn nữa nếu chế phẩm sơn không chứa chất làm đặc trên cơ sở xenluloza.

Các màu nhạt thường được tạo ra bằng cách bổ sung lượng nhỏ chất tạo màu có màu khác nhau, dưới dạng hỗn dịch đậm đặc (còn được gọi là chất màu hoặc chất nhuộm màu), vào sơn màu trắng.

Các ưu điểm của sáng chế đạt được một cách có lợi với các chế phẩm sơn màu thường đòi hỏi mức TiO_2 cao. Các màu sắc như vậy được thể hiện trên các lớp sơn có màu xám hoặc màu nhạt, thường được gọi là màu nhạt hoặc màu sáng, và tất nhiên là cả màu trắng.

Các màu này và tất cả các màu, có thể được xác định bằng cách sử dụng hệ Y, C^* , h^* đã biết. Trong hệ này, màu sắc bất kỳ có thể được đại diện bằng:

i. sắc độ của nó, được mô tả bằng h^*

ii. sắc thái của nó, C^*

iii. hệ số phản xạ ánh sáng của nó, Y

Các thuật ngữ này đã được xác định một cách khoa học bởi Ủy ban chiếu sáng quốc tế (Commission Internationale de l'Eclairage (CIE)) [xem 'International Lighting Vocabulary', 4th Edition, published IEC/CIE 017,4-1987. ISBN 978 3 900734 07 7]

Để tránh nghi ngờ bất kỳ, viện dẫn bất kỳ đến màu tạo lớp sơn trong bản mô tả này là nói đến màu của lớp sơn khi khô, trừ phi có quy định khác.

Sắc độ là thước đo mức độ của màu sắc gần với màu đỏ, màu vàng, màu xanh lá cây và màu xanh da trời. Nó được mô tả bằng góc sắc độ dao động từ 0° đến 360° trong đó góc này xác định vị trí của sắc độ trong không gian màu, trong đó màu đỏ, màu vàng, màu xanh lá cây và màu xanh da trời ở lần lượt các góc 0° , 90° , 180° và 270° . Các góc giữa 'các điểm chính' này chỉ ra các màu sắc trung gian, ví dụ, góc sắc độ 45° là màu vàng hơi màu đỏ (mà da cam).

Sắc thái là thước đo cường độ màu, tức là mức độ màu là màu nhạt/màu sáng hoặc màu đậm hoặc màu nào đó trong khoảng giữa. Sắc thái có thể lấy các giá trị từ 0 đến 100 với các số lớn hơn chỉ ra các màu mạnh hơn. Màu sắc có trị số sắc thái 0 có độ đậm nhạt "trung gian" nằm trên trục từ đen đến trắng.

Hệ số phản xạ ánh sáng là thước đo mức độ nhạt quan sát được của màu, dao động từ 0 đến 100, với 0 là màu đen và 100 là màu trắng.

Fig. 1 là sơ đồ thể hiện Y , C^* , h^* đại diện đã được làm đơn giản hoá. Nó thể hiện khoảng không gian màu ở khoảng điểm giữa của hệ số phản xạ ánh sáng, Y . Trục Y chạy từ 0 đến 100. Màu đỏ, màu vàng, màu xanh lá cây và màu xanh da trời được thể hiện trong các vị trí thích hợp của chúng trên vòng tròn sắc độ. Trục C^* chạy từ zero tại điểm ban đầu đến 100 ở vành đai. Tại mỗi giá trị Y , các khoảng sắc độ khác nữa được liên kết là màu sắc nhạt hơn hoặc đậm hơn. Tại cả phía đậm và nhạt của thang Y , màu sắc có cường độ thấp hơn, và do đó sắc thái chắc chắn là thấp. Vì lý do này, không gian màu thường được mô tả dưới dạng hình cầu, mặc dù thực tế là nó có hình trụ không đều.

Sử dụng ký hiệu CIE, các chế phẩm màu xám hoặc màu nhạt là có lợi nhất trong sáng chế, có thể xác định được vì các màu sắc này, bao gồm màu trắng, đáp ứng các tiêu chuẩn sau:

$$C^* < C_{\text{tới hạn}} \quad \text{phương trình 1}$$

$$Y > mC^* + 35 \quad \text{phương trình 2}$$

Trong đó m và $C_{\text{tới hạn}}$ nhận các giá trị trong bảng 1 dưới đây.

Bảng 1:

Góc sắc độ h^*	M	$C_{\text{tới hạn}}$
0	0,098	39,063
10	0,063	42,739
20	0,231	40,130
30	0,399	37,522
40	0,498	37,444
50	0,579	38,000
60	0,655	39,500
70	0,732	41,000
80	0,793	45,286
90	0,854	49,571
100	0,803	47,136
110	0,740	43,955
120	0,663	41,727
130	0,580	39,909
140	0,498	38,565
150	0,416	37,696
160	0,346	37,381
170	0,318	39,586
180	0,283	40,850
190	0,190	39,350
200	0,101	38,000
210	0,060	38,000

220	0,021	38,333
230	-0,007	40,000
240	-0,041	40,314
250	-0,083	38,600
260	-0,125	36,886
270	-0,167	35,171
280	-0,152	34,640
290	-0,131	34,240
300	-0,079	34,000
310	0,016	34,000
320	0,112	34,000
330	0,207	34,000
340	0,235	34,471
350	0,161	35,647
360	0,098	39,063

Trên giá trị $C_{\text{tối hạn}}$ cường độ màu cường độ màu quan sát được là quá cao dưới dạng màu nhạt.

Các giá trị m và $C_{\text{tối hạn}}$ ở các góc sắc độ trung gian có thể được tính toán bằng phép nội suy tuyến tính.

Bảng này có thể tính toán C^* và Y cho sắc độ bất kỳ đã định và do đó màu trắng, màu xám hoặc bóng nhạt/nhẹ xác định được một cách rõ ràng.

Lớp sơn có sắc thái, C^* nhỏ hơn khoảng 5 và giá trị Y lớn hơn 95 quan sát được bằng mắt thường là màu trắng.

Các giá trị của C^* , Y và h^* của màu sắc bất kỳ có thể được tính toán từ đường cong năng suất phản xạ phổ của màu sắc, đo được bằng cách sử dụng máy quang phổ theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Máy quang phổ thích hợp là Datacolor Spectraflash SF 600.

Tốt hơn là, chế phẩm sơn khô theo sáng chế thoả mãn các phương trình 1 và 2. Tốt hơn nữa là, chế phẩm sơn khô có sắc thái nhỏ hơn 5 và giá trị Y lớn hơn 85.

Tốt hơn là, giá trị ánh bóng của lớp sơn khô ít hơn 30%, khi đo ở 85°, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 20%, còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn 10%, còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn 5% và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 2 đến 8%.

Chế phẩm sơn có thể còn chứa các hợp phần khác là chuẩn cho lớp sơn như sáp, chất cải biến tính lưu biến, chất hoạt động bề mặt, chất chống tạo bọt, chất làm tăng độ dính, chất làm mềm dẻo, chất tạo liên kết ngang, chất trợ chảy, các bioxit và đất sét.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất phương pháp tạo lớp sơn trên vật phẩm hoặc cấu trúc có bề mặt bằng chế phẩm theo sáng chế bao gồm các bước đưa ít nhất một lớp sơn lỏng bằng chổi sơn, máy lăn sơn, tạo khối hoặc phun và để hoặc làm cho lớp này khô và/hoặc cứng.

Theo một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất vật phẩm hoặc cấu trúc có bề mặt được phủ bằng chế phẩm theo sáng chế.

Các thành phần sau khi được sử dụng để điều chế các chế phẩm của ví dụ.

TionaTM 595 là dạng Rutin của TiO₂ (tỷ trọng 4,05g/cm³) có bán ở Cristal. MicrodolTM H200 và H600 cả hai đều là dolomit (tỷ trọng 2,85g/cm³) và có bán ở Omya. Omya House, Derby, United Kingdom.

ASP170 (tỷ trọng 2,60g/cm³) có bán ở BASF.

RopaqueTM Ultra E là hỗn dịch không bay hơi 30% của các hạt polyme hình cầu rỗng (tỷ trọng 0,591g/cm³) và có thể mua được từ Rohm và Haas, Philadelphia, USA (Dow).

OrotanTM 731 A là chất tạo màu phân tán (25% trọng lượng chất không bay hơi, tỷ trọng của chất không bay hơi là 1 g/cm³) có bán ở Rohm & Haas, Philadelphia, USA (Dow).

DisponilTM A1580 là chất hoạt động bề mặt (80% trọng lượng chất không bay hơi; tỷ trọng của chất không bay hơi là 1,00 g/cm³) và có bán ở Cognis Deutschland GmbH & Co. KG. PO Box 130164, Germany.

Dispex N40 là chất phân tán có bán ở Ciba (BASF).

Dispelair™ CF 823 là chất khử bọt (60% trọng lượng chất không bay hơi; tỷ trọng của chất không bay hơi là 1,00 g/cm³) và có bán ở Blackburn Chemicals Ltd, Whitebirk Industrial Estate, Blackburn, United Kingdom.

Blanose™ 7M 31C là chất làm đặc cacboxymetylxenluloza (tỷ trọng 1,59g/cm³) có bán ở Hercules GmbH, Dusseldorf, Germany.

Natrosol 250HBR là chất làm đặc HEC có bán ở Ashland.

Acticide CHR 0107, một thuốc diệt sinh vật có bán ở Thor at Wincham Avenue, Wincham, Northwich, Cheshire, England.

Omyacoat 850G là cacbonat (tỷ trọng 2,75g/cm³), sản phẩm của Omya House, Derby, United Kingdom.

Latex 1 là copolyme styren/ butyl acrylat/ axit acrylic có Tg -10°C và chỉ số axit 23,5mg KOH/g polyme và 50% trọng lượng hàm lượng các chất rắn.

Latec 2 là copolyme styren/ butyl acrylat/ axit acrylic có Tg +10°C và chỉ số axit 23,5mg KOH/g polyme và 50% trọng lượng hàm lượng các chất rắn.

Các phương pháp thử nghiệm sau được sử dụng:

Trọng lượng phân tử của chất phân tán.

GPC nước đã cài đặt được sử dụng để đo trọng lượng phân tử.

Thiết bị và các điều kiện được sử dụng là.

Cột: cột TSK GMPWXL GPC 2 x 30cm từ Tosoh.

Dung môi rửa giải: natri nitrat 0,3M, natri phosphat 0,01M với độ pH được điều chỉnh đến 7,5 bằng cách sử dụng NaOH 0,1M.

Tốc độ dòng: 1,0 ml/phút.

Bộ dò: bộ dò chỉ số khúc xạ vi sai Waters 410.

Phần mềm: Waters Millennium 32 v3,05,01.

Thiết bị được hiệu chỉnh bằng Chuẩn Dextran bao hàm giá trị nằm trong khoảng từ 342 đến 401000 g/mol.

Các mẫu được điều chế bằng cách pha loãng 0,1g trong 10ml dung môi rửa giải và lọc qua màng PVDF 0,45 micron.

Thể tích bơm phun là 100ul.

Độ mờ đục (Độ tương phản)

Độ mờ đục được đo theo tiêu chuẩn BS 3900-D4.

Ít nhất 90% được xem là có thể chấp nhận được.

Độ mờ đục đo được không tương quan tuyến tính với độ mờ đục quan sát được bằng mắt. Do vậy, những sai khác nhỏ về độ mờ đục đo được khi quan sát được bằng mắt là những sai khác lớn hơn nhiều.

Ánh bóng

Ánh bóng được đo theo tiêu chuẩn BS EN ISO 2813, BS 3900-D5.

Độ bền cọ rửa ướt

Độ bền cọ rửa của màng khô được đo theo tiêu chuẩn BS EN ISO 11998 bằng cách sử dụng 200 chu kỳ với việc thất thoát được ghi lại dưới dạng mg/cm^2 .

Mức thất thoát nhỏ hơn $6\text{mg}/\text{cm}^2$ có thể chấp nhận được.

Độ nhót trượt cao

Độ nhót trượt cao được đo ở 25°C bằng cách sử dụng máy đo độ nhót ICI Cone và Plate (có thể mua từ Research Equipment London Ltd, London, TW2 5NX) vận hành ở $10,000\text{giây}^{-1}$.

Độ nhót đo bằng Rotothinner (Son)

Độ nhót trượt trung bình được đo ở 25°C bằng cách sử dụng nhót kế Rotothinner (có thể mua từ Sheen Instruments Ltd, Kingston-upon-Thames, Surrey, UK) được lắp rôto đĩa chuẩn quay ở tốc độ khoảng 562 vòng/phút tương đương với tốc độ dịch chuyển là 250giây^{-1} .

Cỡ hạt của chất độn

Cỡ hạt của chất độn được đo bằng cách sử dụng dụng cụ đo Mastersizer theo ISO 13323, phần 1 & 2.

Phương pháp xác định chất phân tán

Phương pháp này dựa vào độ tan của chất phân tán trong nước đã được axit hoá, với nhiều chất phân tán kỵ nước hơn có độ tan kém hơn so với chất phân tán ưa nước. Các chất phân tán không cần phải tan hoàn toàn bởi vì chúng kết tủa, tạo ra độ đục không thể được hoà tan lại bằng cách khuấy là bằng chứng đủ để xác định chất phân tán là kỵ nước một cách đầy đủ để thích hợp dùng trong sáng chế.

Phương pháp sau được sử dụng đối với chất phân tán ví dụ trong bản mô tả này.

1. Chuẩn bị dung dịch 0,5% chứa chất phân tán (tính theo trọng lượng chất rắn không bay hơi) trong nước đã được khử khoáng.

2. Đo độ pH của dung dịch này bằng cách sử dụng dụng cụ đo độ pH

3. Quan sát về bề ngoài ban đầu của dung dịch

4. Bổ sung từng giọt dung dịch axit clohydric có nồng độ 1 mol vào dung dịch trong khi khuấy đều. Đo mức thay đổi độ pH sau khi mỗi lần bổ sung và quan sát thay đổi bất kỳ về độ trong của dung dịch.

5. Tiếp tục bổ sung axit đến độ pH < 3 và quan sát lần cuối về bề ngoài của dung dịch này.

6. Nếu dung dịch chuyển sang đục, hoặc xuất hiện kết tủa, thì chất phân tán này là thích hợp để sử dụng theo sáng chế.

Dữ liệu được tạo ra đối với ví dụ 4 và C được thể hiện dưới đây, trong đó Orotan 731 đã đáp ứng được thử nghiệm cọ rửa ướt, còn Dispex N40 là không đáp ứng được.

Dung dịch axit clohydric nồng độ 1 mol được sử dụng và được bổ sung vào các dung dịch chứa chất phân tán bằng cách sử dụng pipet thuỷ tinh nhỏ giọt Pasteur.

Phương pháp xác định nhu cầu chất phân tán

Cơ sở của thử nghiệm là bổ sung từ từ chất phân tán vào dung dịch nước phân tán của chất màu vô cơ cản quang và hạt chất độn không cản quang trong khi vẫn đo độ nhớt cho đến khi đạt được độ nhớt tối thiểu. Lượng chất phân tán được bổ sung để đạt được độ nhớt này được biểu diễn dưới dạng % trọng lượng chất phân tán son

không bay hơi được tính trên trọng lượng của hạt là nhu cầu chất phân tán. Hàm lượng các thành phần được sử dụng được lấy ra từ % trọng lượng chế phẩm.

Phương pháp sau được sử dụng để xác định nhu cầu chất phân tán:

1. 500cm³ kim loại được phun sơn có thể được sắp xếp để được khuấy bằng máy khuấy tốc độ cao (HSD) gắn lưỡi gạt 40-50mm được bổ sung khoảng 250g nước. Lượng nước chính xác sẽ phụ thuộc vào chế phẩm.

2. Bổ sung trong khoảng từ 10 đến 20% trọng lượng lượng mong muốn cuối cùng của chất phân tán ứng viên – điều này có thể đòi hỏi việc chuẩn độ trước tiên để ước lượng nhu cầu chất phân tán ban đầu để lần xác định thứ hai chính xác hơn.

3. Trong khi khuấy ở tốc độ khoảng 200 vòng/phút bổ sung tất cả các thành phần ngoài chất màu cản quang, hạt chất độn không cản quang, chất làm đặc, thuốc diệt sinh vật và chất kết dính, vào hỗn hợp ở bước 2.

4. Bổ sung hạt chất độn không cản quang và chất màu cản quang không polyme ngoài chất màu cản quang bất kỳ. Tăng khuấy trong quá trình bổ sung đến khoảng 2500 vòng/phút hoặc khi cần để duy trì trạng thái xoáy trong bình. Các chất rắn của hỗn hợp ở giai đoạn này cần đạt khoảng 70% trọng lượng.

5. Đo độ nhớt bằng cách sử dụng nhớt kế Rotathinner gắn rôto bi quay ở tốc độ 562 vòng/phút. Để tiện lợi, độ nhớt ở giai đoạn này cần phải nằm trong khoảng từ 1,5 đến 2,0Pa.s. Một số thử nghiệm và sai số có thể là cần thiết để đạt được điều này. Nếu độ nhớt này cao đến mức không thể khuấy được thì chất phân tán và/hoặc nước có thể được bổ sung. Đối với một số hỗn hợp chất độn, độ nhớt có thể quá cao hoặc quá thấp, trong trường hợp này, bắt đầu từ bước 1, thời điểm này đòi hỏi sử dụng ít nước hơn hoặc nhiều nước hơn.

6. Bổ sung thêm chất phân tán vào hỗn hợp và trộn bằng cách sử dụng HSD.

7. Thực hiện lặp lại bước 5 và 6 cho đến khi đạt được độ nhớt nhỏ nhất.

Lượng tối thiểu chất phân tán không bay hơi cần thiết để đạt được độ nhớt nhỏ nhất được lấy làm nhu cầu chất phân tán, được biểu hiện là % trọng lượng chất phân tán được tính toán theo tổng trọng lượng của chất tạo màu cản quang vô cơ và các hạt chất độn không cản quang.

Chất phân tán ứng cử cần được sử dụng ở hàm lượng sơn không bay hơi cao nhất có thể để tránh nhỏ giọt do việc pha loãng đơn thuần.

Máy đo độ nhớt Rotothinner (Ref. 455N/15) có thể mua được từ Sheen Instruments, 2, Gatton Park Business Centre, Wells Place, Redhill, Surrey, RH1 3LG.

Nhu cầu chất phân tán của chế phẩm theo ví dụ 1 được xác định bằng cách sử dụng các chất phân tán khác nhau. Công thức thực tế được sử dụng là như sau:

	% trọng lượng
Nước	24,71
Chất phân tán	Nếu cần
Disponil A1580	0,85
Dispelair CF823	0,68
Acticide CHR/ Rocima 189	0,51
Microdol H600	11,56
Omyacoat 850OG	8,50
ASP 170	21,76
Microdol H200	19,72
Tiona 595	10,71

Dữ liệu được tạo ra đối với ví dụ 4 và C được thể hiện dưới đây, trong đó Orotan 731 đã đáp ứng được thử nghiệm cọ rửa ướt, còn Dispex N40 là không đáp ứng được.

Dung dịch axit clohydric nồng độ 1 mol được sử dụng và được bổ sung vào các dung dịch chứa chất phân tán bằng cách sử dụng pipet thủy tinh nhỏ giọt Pasteur.

Dung dịch nước Orotan 731 0,5%		
Số giọt dung dịch HCl được bổ sung	Độ pH đo được	Vẻ bề ngoài của dung dịch
0	11,40	Trong suốt
2	9,00	Trong suốt
4	4,70	Đục khi bổ sung axit, nhưng được phối hợp
5	4,35	Đục
6	3,30	Đục
7	2,60	Đục

Dung dịch nước Dispex N40 0,5%		
Số giọt dung dịch HCl được bổ sung	Độ pH đo được	Vẻ bề ngoài của dung dịch
0	8,70	Trong suốt
2	7,48	Trong suốt
3	7,07	Trong suốt
4	6,70	Trong suốt
5	6,50	Trong suốt
6	6,20	Trong suốt
7	5,88	Trong suốt
8	5,61	Trong suốt
10	5,08	Trong suốt

12	4,41	Trong suốt
14	3,57	Trong suốt
16	2,36	Trong suốt
18	1,83	Trong suốt

Dung dịch nước Coadis 123K 0,5%		
Số giọt dung dịch HCl được bổ sung	Độ pH đo được	Về bề ngoài của dung dịch
0	9,91	Hơi đục
1	8,74	Hơi đục
2	8,20	Đục
3	7,78	Đục
5	6,58	Có kết tủa
7	2,40	Có kết tủa

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được minh họa bằng các ví dụ sau.

Các ví dụ được đánh số theo sáng chế và các ví dụ so sánh được viện dẫn bằng các chữ cái. Trong tất cả các trường hợp, % trọng lượng chế phẩm dùng để chỉ sơn dạng lỏng và % thể tích dùng để chỉ lớp sơn khô.

Phương pháp sau được sử dụng để điều chế sơn trong mỗi trường hợp.

Giai đoạn điều chế sơn (Millbase)

Sử dụng bình phân tán kim loại dung tích 5 lít, chứa nước (1) Texanol, Orotan hoặc Dispex, Disponil, chất diệt hoạt và một nửa lượng Dispelair. Đặt bình vào máy phân tán tốc độ cao gắn lưới hình răng cưa. Khuấy ở tốc độ chậm sao cho không quan

sát được hiện tượng bắn toé. Bổ sung Microdol H200 và H600, Socal P3, China Clay Supreme, Steabright và Tioxit TR92, chạy trong 2 phút ở tốc độ chậm sau đó bổ sung chất làm đặc Blanose. Qua 5 phút tăng dần dần tốc độ vì sơn đặc lên. Thiết bị cần phải chạy ở tốc độ khoảng 2500 vòng/phút (tùy thuộc vào thể tích), nhưng không được bắn toé. Khuấy thêm trong 30 phút nữa. Dừng thiết bị nửa chừng để đảm bảo chất màu không bị tắc ở các phía/nền của bình bằng cách khuấy bằng tay. Chuyển thiết bị về tốc độ cao, sau thời gian 30 phút giảm xuống tốc độ chậm. Kiểm tra trạng thái phân tán của sơn đối với các mảnh bằng cách chải sạch trên một thẻ. Nếu số lượng mảnh có thể chấp nhận được, bổ sung nước (2) và chạy thêm 2 phút nữa và sau đó tắt máy khuấy.

Tổng lượng nước thể hiện trong chế phẩm của ví dụ theo tỷ lệ: nước (1) : nước (2) : nước (3) = 45,5 : 30,3 : 24,2.

Giai đoạn sơn

Nạp latec 1 vào bình có kích cỡ thích hợp và đặt vào máy khuấy gắn lưỡi dạng cánh quạt.

Nạp Ropaque, phần còn lại Dispelair, Millbase điều chế được trên đây, nước (3) và Aquaflo. Điều chỉnh tốc độ khuấy một cách cẩn thận để tránh bắn toé vì thể tích trong bình tăng.

Khuấy thêm 15 phút nữa ở tốc độ thấp (khoảng 500 vòng/phút)

Các ví dụ 1 và A

Các ví dụ 1 và A về cơ bản là giống nhau ngoài sự khác nhau về PVC.

Các chế phẩm của ví dụ so sánh A, ở PVC 82,5, không đáp ứng thử nghiệm cơ rửa ướt

Ví dụ	1		A	
	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)
Natrosol 250HBR	0,70	2,40	0,60	2,14
Orotan 731	0,23	0,16	1,00	0,74

Disponil A1580	0,50	1,75	0,50	1,82
Acticide CHR0107/ Rocima 189	0,30	0,10	0,30	0,10
Dispelair CF823	0,40	1,10	0,40	1,15
ASP 170	12,80	22,59	12,30	22,62
Omyacoat 850OG	5,00	8,34	5,10	8,87
Microdol H600	6,80	11,14	8,20	14,00
Microdol H200	11,60	18,67	12,00	20,13
Ropaque TM Ultra E	4,00	9,33	4,00	9,73
Nước	43,25	0,00	44,32	0,00
Tiona 595	6,30	7,17	6,10	7,24
Latex 1	8,12	17,24	5,18	11,46
Tổng	100,00	100,00	100,00	100,00
Tổng hao trọng lượng do cọ rửa ướt (mg/cm ²)		3,49		13,35
Độ tương phản		95,30		96,60
Tỷ trọng (kg/l)		1,39		1,41
PVC (%)		77,25		82,59
% thể tích các chất rắn		30,39		29,45

Các ví dụ 2 và B

Các ví dụ này về cơ bản là giống nhau ngoài mức ASP 170 (cao lạnh).

Chế phần của ví dụ so sánh B, ở mức cao lạnh là 50% thể tích, không đáp ứng thử nghiệm cọ rửa ướt.

Ví dụ	2		B	
	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)
Natrosol 250HBR	0,70	2,40	0,70	2,32
Orotan 731	0,23	0,16	1,90	1,31
Disponil A1580	0,50	1,75	0,50	1,69
Acticide CHR0107/ Rocima 189	0,30	0,10	0,30	0,09
Dispelair CF823	0,40	1,10	0,40	1,07
ASP 170	12,80	22,59	29,00	49,51
Omyacoat 850OG	5,00	8,34	1,54	2,48
Microdol H600	6,80	11,14	2,09	3,32
Microdol H200	11,60	18,67	3,57	5,56
Ropaque TM Ultra E	4,00	9,33	4,00	9,03
Nước	43,25	0,00	41,58	0,00
Tiona 595	6,30	7,17	6,30	6,94
Latex 1	8,12	17,24	8,12	16,68
Tổng	100,00	100,00	100,00	100,00
Tổng hao trọng lượng do cọ rửa		3,49		8,5

ướt (mg/cm ²)				
Độ tương phản		95,30		98,23
Tỷ trọng (kg/l)		1,39		1,39
PVC (%)		77,25		76,83
% thể tích các chất rắn		30,39		31,28

Các ví dụ 3 và C

Các ví dụ 3 và C là giống nhau chỉ khác là Tg của latec trong hai ví dụ là khác nhau.

Chế phẩm của ví dụ so sánh C, sử dụng latec có Tg là +10°C, không đáp ứng thử nghiệm cọ rửa ướt.

Ví dụ	3		C	
	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)
Natrosol 250HBR	0,70	2,40	0,70	2,40
Orotan 731	0,23	0,16	0,23	0,16
Disponil A1580	0,50	1,75	0,50	1,75
Acticide CHR0107/ Rocima 189	0,30	0,10	0,30	0,10
Dispelair CF823	0,40	1,10	0,40	1,10
ASP 170	12,80	22,59	12,80	22,59
Omyacoat 850OG	5,00	8,34	5,00	8,34
Microdol H600	6,80	11,14	6,80	11,14
Microdol H200	11,60	18,67	11,60	18,67
Ropaque TM Ultra E	4,00	9,33	4,00	9,33

Nước	43,25	0,00	43,25	0,00
Tiona 595	6,30	7,17	6,30	7,17
Latex 1	8,12	17,24	0,00	0,00
Latec 2	0,00	0,00	8,12	17,24
Tổng	100,00	100,00	100,00	100,00
Tổng hao trọng lượng do cọ rửa ướt (mg/cm^2)		3,49		8,24
Độ tương phản		95,30		95,90
Tỷ trọng (kg/l)		1,39		1,39
PVC (%)		77,25		77,25
% thể tích các chất rắn		30,39		30,39

Các ví dụ 4 và D

Tác dụng của việc sử dụng Dispex N40, chất phân tán ưa nước

Ví dụ	4		D	
	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)
Natrosol 250HBR	0,70	2,40	0,70	2,39
Dispex N40 (PAA)	0,00	0,00	0,20	0,28
Orotan 731	0,23	0,16	0,00	0,00
Disponil A1580	0,50	1,75	0,50	1,74
Acticide CHR0107/ Rocima 189	0,30	0,10	0,30	0,10
Dispelair CF823	0,40	1,10	0,40	1,10

ASP 170	12,80	22,59	12,80	22,56
Omyacoat 850OG	5,00	8,34	5,00	8,33
Microdol H600	6,80	11,14	6,80	11,13
Microdol H200	11,60	18,67	11,60	18,65
Ropaque TM Ultra E	4,00	9,33	4,00	9,32
Nước	43,25	0,00	43,28	0,00
Tiona 595	6,30	7,17	6,30	7,16
Latex 1	8,12	17,24	8,12	17,22
Tổng	100,00	100,00	100,00	100,00
Tổng hao trọng lượng do cọ rửa ướt (mg/cm ²)		3,49		10,50
Độ tương phản		95,30		96,00
Tỷ trọng (kg/l)		1,39		1,39
PVC (%)		77,25		77,16
% thể tích các chất rắn		30,39		30,42

Các ví dụ 5 và E

Các ví dụ 5 và E cho thấy tác dụng của việc sử dụng chất làm đặc loại cacboxylmetylxenluloza không đáp ứng được thử nghiệm cọ rửa ướt

Ví dụ	5		E	
	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)
Natrosol 250HBR	0,70	2,40	0,00	0,00
Blanose 7M31C	0,00	0,00	0,90	2,59

Orotan 731	0,23	0,16	0,23	0,16
Disponil A1580	0,50	1,75	0,50	1,74
Acticide CHR0107/ Rocima 189	0,30	0,10	0,30	0,10
Dispelair CF823	0,40	1,10	0,40	1,10
ASP 170	12,80	22,59	12,80	22,54
Omyacoat 850OG	5,00	8,34	5,00	8,33
Microdol H600	6,80	11,14	6,80	11,12
Microdol H200	11,60	18,67	11,60	18,64
Ropaque TM Ultra E	4,00	9,33	4,00	9,31
Nước	43,25	0,00	44,05	0,00
Tiona 595	6,30	7,17	6,30	7,16
Latex 1	8,12	17,24	8,12	17,21
Tổng	100,00	100,00	100,00	100,00
Tổng hao trọng lượng do cọ rửa ướt (mg/cm ²)		3,49		17,78
Độ tương phản		95,30		95,40

Tỷ trọng (kg/l)		1,39		1,40
PVC (%)		77,25		77,09
% thể tích các chất rắn		30,39		30,52

Ví dụ 6

Sơn không chứa các hạt polyme rỗng

Tên nguyên liệu	6		F	
	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)	% trọng lượng (lớp sơn ướt)	% thể tích (lớp sơn khô)
Natrosol 250HBR	0,70	2,40	0,67	2,39
Orotan 731	0,23	0,16	0,22	0,16
Disponil A1580	0,50	1,75	0,48	1,74
Acticide CHR0107/ Rocima 189	0,30	0,10	0,29	0,10
Dispelair CF823	0,40	1,10	0,38	1,10
ASP 170	12,80	22,59	12,23	22,54
Omyacoat 850OG	5,00	8,34	5,97	10,41
Microdol H600	6,80	11,14	8,12	13,90
Microdol H200	11,60	18,67	13,85	23,29
Ropaque TM Ultra E	4,00	9,33	0,00	0,00
Nước	43,25	0,00	44,02	0,00
Tiona 595	6,30	7,17	6,02	7,16
Latex 1	8,12	17,24	7,76	17,21

Tổng	100,00	100,00	100,00	100,00
Tổng hao trọng lượng do cọ rửa ướ (mg/cm ²)		3,49		1,42
Độ tương phản		95,29		94,94
Tỷ trọng (kg/l)		1,39		1,44
PVC (%)		77,25		77,30
% thể tích các chất rắn		30,39		30,04

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm sơn nước có hàm lượng thể tích chất tạo màu (Pigment Volume Content, PVC) với lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 78% tổng thể tích chất rắn của lớp sơn khi khô, trừ khi có quy định khác, bao gồm:

a) các hạt bột màu cản quang bao gồm:

i) titan đioxit với lượng nằm trong khoảng từ 4 đến 10%

ii) các hạt polyme rỗng với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 20%

b) các hạt chất độn không cản quang bao gồm:

i) canxi magiê cacbonat và/hoặc

ii) canxi cacbonat và/hoặc

iii) nephelin syenit và/hoặc

iv) cao lanh

trong đó i)+ii)+iii)+iv) = 40 đến 75% và iv) nằm trong khoảng từ 0 đến 45%.

c) hạt chất kết dính polyme styren-acrylic, trong đó chất kết dính polyme có nhiệt độ Tg tính theo công thức Fox nằm trong khoảng từ -30 đến 5°C và chỉ số axit nằm trong khoảng từ 15 đến 45 mg KOH/g polyme và trong đó các hạt polyme này thu được từ các monome acrylic và tùy ý còn chứa các dẫn xuất của styren.

d) chất phân tán không tan trong nước có độ pH = 3

trong đó chế phẩm này không chứa dung môi hữu cơ dễ bay hơi.

2. Chế phẩm sơn theo điểm 1, trong đó chế phẩm này không chứa dung môi kết tụ không bay hơi.

3. Chế phẩm sơn theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chênh lệch bất kỳ giữa PVC thực tế và tổng của a) và b) được bù bằng các hạt chất độn không cản quang khác.

4. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất tạo màu cản quang là chất tạo màu màu trắng.

5. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó các hạt polyme rỗng chiếm ít hơn 10% thể tích.
6. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó các hạt chất độn được chọn từ nhóm bao gồm canxi magiê cacbonat, canxi cacbonat, nephelen syenit và cao lanh.
7. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó polyme có nhiệt độ Tg tính theo công thức Fox nằm trong khoảng từ -25 đến 0°C.
8. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất kết dính polyme được điều chế từ styren, butyl acrylat và axit acrylic.
9. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất kết dính chiếm từ 5 đến 20% lớp sơn khi khô.
10. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chỉ số axit của chất kết dính polyme nằm trong khoảng từ 16 đến 30 mg KOH/g polyme.
11. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nhu cầu chất phân tán được ước tính bằng phương pháp sau đây hoặc bằng phương pháp tương đương, trong đó phương pháp bao gồm các bước:
 - i) bổ sung từ từ chất phân tán vào huyền phù nước chứa chất tạo màu cản quang không phải là polyme và các hạt chất độn, và theo dõi độ nhớt của hỗn hợp thu được để xác định độ nhớt nhỏ nhất,
 - ii) xác định lượng chất phân tán được bổ sung để đạt được độ nhớt nhỏ nhất là nhu cầu chất phân tán.
12. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất phân tán được chọn từ nhóm bao gồm từ Orotan 731 và Orotan 2002, Coadis 123k, Sokolan CP9 và Hydropalat 34.
13. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này còn chứa thêm chất tạo màu có màu.
14. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này có màu sắc khi khô thỏa mãn các tiêu chí sau:

$$C^* < C_{\text{tới hạn}} \text{ và}$$

$$Y > mC^* + 35$$

khi được tính toán bằng cách sử dụng m và $C_{\text{tới hạn}}$ theo bảng sau:

Góc sắc độ h^*	m	$C_{\text{tới hạn}}$
0	0,098	39,063
10	0,063	42,739
20	0,231	40,130
30	0,399	37,522
40	0,498	37,444
50	0,579	38,000
60	0,655	39,500
70	0,732	41,000
80	0,793	45,286
90	0,854	49,571
100	0,803	47,136
110	0,740	43,955
120	0,663	41,727
130	0,580	39,909
140	0,498	38,565
150	0,416	37,696
160	0,346	37,381
170	0,318	39,586
180	0,283	40,850
190	0,190	39,350
200	0,101	38,000
210	0,060	38,000
220	0,021	38,333
230	-0,007	40,000
240	-0,041	40,314

250	-0,083	38,600
260	-0,125	36,886
270	-0,167	35,171
280	-0,152	34,640
290	-0,131	34,240
300	-0,079	34,000
310	0,016	34,000
320	0,112	34,000
330	0,207	34,000
340	0,235	34,471
350	0,161	35,647
360	0,098	39,063

15. Chế phẩm sơn theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, và có độ bóng nhỏ hơn 15% khi đo ở 85°.

16. Phương pháp sơn vật phẩm hoặc cấu trúc có bề mặt bằng chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 15, bao gồm các bước:

phủ ít nhất một lớp sơn lỏng bằng chổi sơn, dụng cụ lăn sơn, bàn sơn hoặc bình phun;

làm khô và/hoặc hóa rắn lớp này.

17. Cấu trúc có bề mặt được sơn bằng chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 15.