



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0038299

(51)^{2020.01} C09D 167/08

(13) B

(21) 1-2021-00233

(22) 19/07/2019

(86) PCT/EP2019/069499 19/07/2019

(87) WO2020/020772 A1 30/01/2020

(30) 18184957.1 23/07/2018 EP; 19157837.6 18/02/2019 EP

(45) 25/01/2024 430

(43) 26/04/2021 397

(73) Akzo Nobel Coatings International B.V. (NL)

Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem, the Netherlands

(72) Jitte FLAPPER (NL).

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

(54) CHẾ PHẨM PHỦ NƯỚC TRONG DẦU, NỀN ĐƯỢC PHỦ CHẾ PHẨM NÀY VÀ QUY TRÌNH CẢI THIỆN QUÁ TRÌNH KHÔ LÃO HÓA CỦA CHẾ PHẨM PHỦ NƯỚC TRONG DẦU

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm pha nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước, trong đó pha lỏng không nước bao gồm chất kết dính tự oxy hóa và trong đó muối được hòa tan trong pha nước, trong đó muối là muối cacbonat hoặc hữu cơ của kim loại kiềm hoặc kiềm thổ, và trong đó chế phẩm phủ bao gồm chất làm khô chính. Sáng chế còn đề xuất nền được phủ lớp phủ được kết tụ từ chế phẩm phủ nước trong dầu như vậy, và quy trình cải thiện quá trình khô lão hóa của chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm hòa tan muối này vào pha nước của chế phẩm phủ nước trong dầu.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm pha nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước, trong đó pha lỏng không nước bao gồm chất kết dính tự oxy hóa, đến nên được phủ lớp phủ được kết tụ từ chế phẩm phủ nước trong dầu như vậy, và đến quy trình cải thiện quá trình làm khô lão hóa của chế phẩm phủ nước trong dầu.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhựa tự oxy hóa đã được biết trong ngành sơn phủ. Nhựa ankyt là ví dụ của nhựa tự oxy hóa. Ví dụ khác về nhựa tự oxy hóa là nhựa bao gồm các nhóm ete chưa bão hòa như các nhóm có trong, ví dụ, alyl ete, xyclopentenylete và vinyl đioxolan, và các polyme hoặc copolyme của butađien.

Nhựa ankyt được sử dụng rộng rãi trong các chế phẩm phủ như sơn. Nhựa ankyt là nhựa polyeste có nhóm chức axit béo, bao gồm các axit béo chưa bão hòa, chẳng hạn như axit oleic, axit linoleic, hoặc axit linolenic. Quá trình khô của sơn chứa các nhựa tự oxy hóa bao gồm hóa hơi chất mang lỏng (dung môi hữu cơ và/hoặc nước) và sau đó đóng rắn nhựa thông qua các phản ứng oxy hóa gốc tự do. Giai đoạn sau được gọi là quá trình khô hóa học hoặc oxy hóa. Các bán phần axit béo của nhựa ankyt phản ứng với khí oxy từ khí quyển để tạo thành các hydroperoxit sau đó phân hủy tạo thành các gốc tự do. Quá trình tái kết hợp các gốc tự do này khiến các liên kết đôi được tạo thành giữa các mạch polyme ankyt, nhờ đó tạo thành liên kết ngang giữa các mạch polyme. Theo cách này, chế phẩm phủ lỏng bao gồm nhựa ankyt đóng rắn để tạo thành lớp phủ khô rắn. Quá trình này còn gọi là quá trình tự oxy hóa hoặc khô oxy hóa.

Sơn ankyt thường tạo thành bề mặt cứng, bóng để làm sạch và chống cào xước, nước và hóa chất. Chúng được chủ yếu sử dụng cho đồ trang trí, cửa, tủ, đồ đạc nội thất, sàn và các khu vực có mức độ sử dụng cao, và phổ biến với thợ sơn chuyên

nghiệp vì chúng dễ bám dính vào hầu hết các bề mặt và “tự san phẳng” để che dấu cọ và những chỗ không đồng đều nhỏ trên bề mặt, và đóng rắn thành bề mặt nhẵn mà sơn latex không sánh được.

Sơn ankyt thường là gốc dung môi. Sơn ankyt gốc dung môi như vậy bao gồm dung môi hữu cơ, trong đó nhựa ankyt resin được hòa tan. Sơn gốc dung môi như vậy thường bao gồm mức độ hợp chất hữu cơ dễ hóa hơi (volatile organic compound, VOC) cao. Ngày nay, nước thường được thêm vào sơn ankyt gốc dm để giảm hàm lượng VOC. Sơn như vậy thường được gọi là sơn ankyt có thêm nước, sơn ankyt chứa nước, hoặc sơn nước trong dầu. Sơn ankyt có nước thường chứa 10-15% nước trong công thức thành phần dạng lỏng (Thay thế coban trong sản phẩm bảo vệ gỗ, như được công bố bởi Bộ Môi trường và Thực phẩm, Cơ quan Bảo vệ Môi trường Đan Mạch, Dự án môi trường số 1791, 2015, số ISBN 978-87-93352-76-6). Cũng có sơn ankyt nước trong dầu với hàm lượng nước lên đến 30%.

Thời gian để sơn ankyt khô phụ thuộc nồng độ và loại dầu chưa bão hòa hoặc các axit béo được sử dụng để điều chế nhựa. Quá trình tự oxy hóa và liên kết ngang của thành phần axit béo chưa bão hòa có thể diễn tiến không cần trợ giúp, nhưng thời gian khô thường dài đến mức khó được chấp nhận vì nhiều lý do thực tế. Các phản ứng được tăng tốc đáng kể bởi sự có mặt của chất xúc tác làm khô gốc kim loại, thường được gọi là "chất làm khô" hoặc "chất làm mau khô". Trong khi chất phủ ankyt có thể mất nhiều tháng để khô nếu không có mặt chất xúc tác làm khô, với sự có mặt của chất xúc tác như vậy, quá trình khô có thể được hoàn thành trong khoảng thời gian ngắn hơn nhiều.

Các chất làm khô đã biết bao gồm các muối chứa coban (Co), xeri (Ce), sắt (Fe), mangan (Mn) và vanadi (V) với vai trò cation; và halogenua, nitrat, sunfat, và cacboxylat như axetats, etylhexanoat, octanoat, neodecanoat, và naphtenat, hoặc axetoaxetonat, với vai trò anion. Hoạt tính xúc tác của kim loại đa hóa trị trong quá trình phân hủy của các (hydro)peroxit phụ thuộc sự chuyển tiếp lặp đi lặp lại của ion kim loại từ trạng thái oxy hóa thấp hơn sang trạng thái oxy hóa cao hơn và trở lại, dẫn đến khử và oxy hóa các hydroperoxit để xúc tác và gia tốc quá trình oxy hóa của thành

phần dầu chưa bão hòa của chế phẩm. Vì lý do này, các kim loại chuyển tiếp thường được sử dụng trong các chất làm khô như vậy, vì các kim loại chuyển tiếp có khả năng chuyển từ trạng thái hóa trị thấp hơn sang trạng thái hóa trị cao hơn trong phản ứng oxy hóa khử với các peroxit axit béo hiện diện trong ankyl.

Ba loại chất làm khô khác nhau đã được xác định (WO2012079624; Soucek et al Prog. Org Chem. 73, (2012) pp 435-454). Các chất làm khô chính, còn gọi là chất làm khô trên cùng, chất làm khô bề mặt hoặc chất làm khô oxy hóa, xúc tiến quá trình cứng lại từ trên xuống dưới của nhựa ankyl lỏng. Kiểu hành động của các chất làm khô chính trong quá trình đóng rắn tự oxy hóa là khử hoạt tính các chất chống oxy hóa xuất hiện tự nhiên, thu lấy oxy, tạo thành peroxit và phân hủy peroxit. Các chất làm khô chính khác biệt ở chỗ có ít nhất hai trạng thái hóa trị có thể tiếp cận được, cho phép phân hủy hydroperoxit có xúc tác và phục hồi các chất hoạt động. Ví dụ về chất làm khô chính là các muối coban (Co), xeri (Ce), sắt (Fe), mangan (Mn) và vanadi (V). Để tăng cường quá trình khô xuyên suốt đồng đều của màng phủ, các chất làm khô chính thường được sử dụng kết hợp với các chất làm khô phụ và các chất làm khô phối hợp.

Chất làm khô phối hợp, còn gọi là chất làm khô xuyên suốt, thúc đẩy quá trình tạo thành màng bởi tương tác với các nhóm cacboxyl và hydroxyl trong chất kết dính polyme. Do đó, chất làm khô phối hợp có thể bắt cầu hai hoặc nhiều mạch polyme. Các nhóm cacboxyl và hydroxyl này có thể hiện diện từ đầu trong phân tử chất kết dính hoặc có thể được tạo thành trong quá trình tự oxy hóa. Ví dụ về chất làm khô phối hợp là các chất làm khô kim loại gốc zircon (Zr), stronti (Sr), nhôm (Al), bismut (Bi), lantan (La), neodymi (Nd), chì (Pb), và bari (Ba).

Chất làm khô phụ, còn gọi là chất làm khô phụ trợ, là chất làm khô kim loại tồn tại chỉ ở trạng thái oxy hóa và tự nó không có hoạt tính xúc tác. Chất làm khô phụ ảnh hưởng đến tốc độ khô bởi tương tác với chất làm khô chính. Chất làm khô phụ bao gồm xà phòng kim loại canxi (Ca), kẽm (Zn), kali (K) và liti (Li).

Để cải thiện cả quan và chất lượng của màng phủ tạo thành và gia tốc quá trình khô, chất làm khô chính có thể được kết hợp với chất làm khô phối hợp và/hoặc chất làm khô phụ.

Chất làm khô chính được sử dụng rộng rãi nhất là coban cacboxylat vì hiệu quả làm khô tốt của chúng ở nhiệt độ thường và các tính chất về màu sắc. Tuy nhiên, khả năng ứng dụng của chúng có thể bị giới hạn trong tương lai gần vì các vấn đề pháp chế.

Chất làm khô chính gốc kim loại không phải coban, cụ thể là chất làm khô chính bao gồm các phức chất của sắt hoặc mangan và các phối tử cho nitơ đã được biết. Trong tài liệu J.W de Boer et al., The quest for Coban-Free Ankyt Paint Driers, *Eur. J. Inorg. Chem*, 2013, 3581-3591, có tổng quan về các chất làm khô này.

Vấn đề với các chế phẩm phủ ankyt nước trong dầu là “chậm khô do lão hóa”: cần thời gian dài hơn để lớp phủ khô sau khi bảo quản sơn trong thời gian dài. Nói cách khác, cần thời gian dài hơn để lớp phủ khô, nếu nó được phủ từ sơn đã được bảo quản trong 10 tuần so với sơn được bảo quản trong một tuần. Hiện tượng này đôi khi được gọi là “mất tính ổn định của thời gian khô”. Người ta tin rằng hiện tượng này là do việc khử hoạt tính của chất làm khô chính với sự có mặt của nước.

Công bố đơn quốc tế số WO 2010/054461 bộc lộ chất làm khô được ổn định hóa dùng cho các chế phẩm gốc ankyt nước trong dầu. Chất làm khô được ổn định hóa này bao gồm phức chất lồng nhau của xyclodextrin và chất làm khô kim loại. Tuy nhiên nhược điểm của xyclodextrin là xyclodextrin có thể tạo thành các phức chất lồng nhau với nhiều hợp chất trong dung dịch có nước, chẳng hạn như chất diệt sinh vật và chất ức chế ăn mòn. Các phức chất lồng nhau như vậy có thể khiến các hợp chất không hoạt động.

Các vấn đề về quá trình khô của sơn gốc ankyt, như được mô tả trên đây, cũng tồn tại với các chất phủ tự oxy hóa khác.

Có nhu cầu đối với chế phẩm phủ có thể tự oxy hóa, chẳng hạn như các chế phẩm gốc ankyt, được bào chế dưới dạng chế phẩm nước trong dầu để có hàm lượng VOC thấp và không bị chậm khô do lão hóa, trong khi vẫn duy trì các tính chất phủ khác như độ bóng và độ cứng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Điều đáng ngạc nhiên là các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng nếu muối cacbonat hoặc hữu cơ của kim loại kiềm hoặc kiềm thổ được hòa tan trong pha nước

của chế phẩm phủ nước trong dầu với chất kết dính tự oxy hóa và chất làm khô chính, tính chất chậm khô do lão hóa được cải thiện đáng kể. Điều này cho phép các nhà sản xuất sơn, tiệm sơn và thợ sơn bảo quản sơn nước trong dầu trong thời gian dài hơn.

Theo đó, theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm pha nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước, trong đó pha lỏng không nước bao gồm chất kết dính tự oxy hóa và trong đó muối được hòa tan trong pha nước, trong đó muối là muối cacbonat hoặc hữu cơ của kim loại kiềm hoặc kiềm thổ, và trong đó chế phẩm phủ bao gồm chất làm khô chính.

Ưu điểm quan trọng của chế phẩm phủ theo sáng chế là nó kết hợp hàm lượng VOC thấp với các tính chất ưu việt của chất phủ tự oxy hóa như sơn ankyt, chẳng hạn như độ cứng và độ bóng tốt, trong khi vẫn giảm vấn đề chậm khô do lão hóa.

Ưu điểm khác của việc thêm muối kim loại kiềm hoặc kiềm thổ như được xác định trên đây vào pha nước của chế phẩm phủ nước trong dầu là nhiều chất làm khô chính khác nhau có thể được sử dụng, bao gồm các chất làm khô muối kim loại đã biết, các phức chất phối tử kim loại không có coban, và chất làm khô coban polyme chẳng hạn như các chất được bộc lộ trong công bố đơn sáng chế số WO 2010/076031.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất nên được phủ lớp phủ được kết tụ từ chế phẩm phủ theo khía cạnh thứ nhất của sáng chế.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất quy trình cải thiện tính chất chậm khô do lão hóa của chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm các bước:

- a. cung cấp chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm pha nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước, trong đó pha lỏng không nước bao gồm chất kết dính tự oxy hóa, và trong đó chế phẩm phủ bao gồm chất làm khô chính; và
- b. hòa tan muối là muối cacbonat hoặc hữu cơ của kim loại kiềm hoặc kiềm thổ trong pha nước với lượng trong khoảng từ 0,1 đến 10% khối lượng tính trên khối lượng của pha nước.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm phủ nước trong dầu theo sáng chế bao gồm pha nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước. Pha lỏng không nước bao gồm chất kết dính tự

oxy hóa. Trong pha nước, muối cacbonat hoặc hữu cơ của kim loại kiềm hoặc kiềm thổ được hòa tan.

Muối được hòa tan trong pha nước là muối cacbonat hoặc hữu cơ chẳng hạn như muối cacboxylat, sunfonat, phosphonat, hoặc phosphinat. Nhắc đến cacbonat trong bản mô tả này là nhắc đến muối có ít nhất một ion CO_3^{2-} , bao gồm các muối bicacbonat.

Kim loại kiềm hoặc kiềm thổ ưu tiên hơn là liti, natri, kali, xesi, magie, canxi, stronti, hoặc bari, ưu tiên hơn là liti, natri, kali, xesi, hoặc magie. Kim loại được đặc biệt ưu tiên là natri.

Muối kim loại kiềm hoặc kiềm thổ được hòa tan trong pha nước. Ưu tiên hơn là muối này có độ tan trong nước ít nhất là 100 g/l, ưu tiên hơn là ít nhất 500 g/l, được xác định trong nước khử khoáng ở 298⁰K. Ưu tiên hơn là, độ tan của muối kim loại kiềm hoặc kiềm thổ trong pha nước ít nhất cao hơn 10 lần so với độ tan của nó trong pha lỏng không nước, ưu tiên hơn là ít nhất 100 lần, ưu tiên hơn là ít nhất 500 lần, ưu tiên hơn nữa là ít nhất 1.000 lần. Ưu tiên hơn là, muối kim loại kiềm hoặc kiềm thổ có độ tan trong pha nước ít nhất là 100 g/l và độ tan của muối trong pha nước cao hơn ít nhất 10 lần so với độ tan của nó trong pha lỏng không nước. Độ tan của muối kim loại kiềm hoặc kiềm thổ trong pha lỏng không nước ưu tiên hơn là dưới 100 g/l, ưu tiên hơn là dưới 50 g/l, ưu tiên hơn là dưới 10 g/l, ví dụ như tối đa là 5, 1, hoặc 0,5 g/l, đặc biệt ưu tiên là tối đa là 0,1 g/l. Độ tan trong bản mô tả này có nghĩa là độ tan được xác định ở 298⁰K.

Nếu muối là muối hữu cơ, nó ưu tiên hơn là muối cacboxylat có anion cacboxylat và cation kim loại. Anion cacboxylat có thể là anion mono- hoặc dicacboxylat, ưu tiên hơn là anion mono-cacboxylat. Anion cacboxylat có thể là anion cacboxylat béo hoặc thơm, ưu tiên hơn là anion cacboxylat béo. Anion cacboxylat có thể có một hoặc nhiều nhóm phân cực treo để tăng độ tan trong nước. Ưu tiên hơn là, anion cacboxylat là anion monocacboxylat, béo mạch nhánh hoặc mạch thẳng bão hòa.

Anion cacboxylat có thể có từ 1 đến 16 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn là 2 đến 10 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn là 2 đến 8 nguyên tử cacbon. Ưu tiên hơn là, anion

cacboxylat được chọn từ nhóm bao gồm axetat, propionat, và 2-etyl-hexanoat. Số nguyên tử cacbon tối đa trong anion cacboxylat đối với muối tan trong nước sẽ phụ thuộc vào cation kim loại cation và sự có mặt tùy chọn của các nhóm phân cực treo. Nếu cation kim loại là natri, anion cacboxylat có thể có đến 8 hoặc thậm chí 10 nguyên tử cacbon. Nếu cation kim loại là cation kim loại không phải natri, anion cacboxylat có thể có đến 4 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn là 2 hoặc 3 nguyên tử cacbon.

Các muối được đặc biệt ưu tiên được chọn từ nhóm bao gồm natri axetat, natri propionat, và natri 2-etyl hexanoat, liti axetat, kali axetat, magie axetat, và hỗn hợp của hai hoặc nhiều hơn trong số đó. Muối được đặc biệt ưu tiên được chọn từ nhóm bao gồm natri axetat, natri propionat, và natri 2-etyl hexanoat.

Chế phẩm phù tốt hơn là bao gồm ít nhất 0,1% khối lượng là muối kim loại kiềm hoặc kiềm thổ trong pha nước, tính trên khối lượng của pha nước, ưu tiên hơn là ít nhất 0,5% khối lượng, ưu tiên hơn là ít nhất 1,0% khối lượng. Giới hạn trên không đặc biệt quan trọng. Ưu tiên hơn là, chế phẩm phù bao gồm tối đa 10% khối lượng là muối kim loại kiềm hoặc kiềm thổ trong pha nước, tính trên khối lượng của pha nước, ưu tiên hơn là tối đa 5% khối lượng. Tính trên tổng khối lượng của chế phẩm phù, chế phẩm phù ưu tiên hơn là bao gồm ít nhất 0.02 % khối lượng là muối kim loại kiềm hoặc kiềm thổ, ưu tiên hơn là ít nhất 0,1% khối lượng, ưu tiên hơn là ít nhất 0.2 % khối lượng.

Ưu tiên hơn là, chế phẩm phù nước trong dầu bao gồm dưới 0,1% khối lượng là xyclodextrin tính trên khối lượng của chất kết dính tự oxy hóa, ưu tiên hơn là dưới 0,05% khối lượng là xyclodextrin, ưu tiên hơn là dưới 0,001% khối lượng là xyclodextrin. Lượng xyclodextrin ở đây chỉ tổng khối lượng của alpha, beta, và gamma xyclodextrin. Trong phương án được đặc biệt ưu tiên, chế phẩm phù không chứa xyclodextrin.

Chế phẩm phù nước trong dầu có thể bao gồm lượng nước thích hợp bất kỳ. Ưu tiên hơn là, chế phẩm phù nước trong dầu bao gồm trên 5,0% khối lượng là nước, ưu tiên hơn là trên 7.5% khối lượng, ưu tiên hơn là trên 10% khối lượng, ưu tiên hơn nữa

là trên 12,5% khối lượng. Chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm ít nhất 15% khối lượng nước được đặc biệt ưu tiên.

Lượng nước trong chế phẩm phủ nước trong dầu ưu tiên hơn là không vượt quá 49 % khối lượng của tổng thành phần vì với hàm lượng cao như vậy, nhũ tương có thể trở nên không ổn định hoặc nghịch đảo thành chế phẩm dầu trong nước. Theo đó, lượng nước trong chế phẩm phủ nước trong dầu ưu tiên hơn là dưới 49% khối lượng, Ưu tiên hơn là lượng nước dưới 45% khối lượng, ưu tiên hơn là dưới 40% khối lượng, ưu tiên hơn nữa là dưới 30% khối lượng, ưu tiên nhất hơn là dưới 25% khối lượng.

Chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm chất làm khô chính. Chất làm khô chính có thể là chất làm khô chính bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế với lượng bất kỳ thích hợp. Chất làm khô chính, ví dụ, có thể là muối của coban, xeri, sắt, mangan, và/hoặc vanadi, phức chất phối tử kim loại không có coban, hoặc chất làm khô coban polyme. Ưu tiên hơn là, chế phẩm phủ không chứa coban và do đó không có chất làm khô chính bao gồm coban. Chế phẩm phủ có thể có thêm chất làm khô phối hợp và/hoặc chất làm khô phụ. Bên cạnh chất làm khô, chế phẩm phủ có thể tùy ý bao gồ các chất tạo phức tăng tốc quá trình khô, ví dụ, 2,2'-bipyridyl và 1,10-phenantrolin. Chất tạo phức có thể được thêm vào với lượng từ 0 đến 3% khối lượng, ưu tiên hơn là từ 0,1 đến 1,5% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của nhựa.

Pha lỏng không nước bao gồm chất kết dính tự oxy hóa. Chất kết dính tự oxy hóa thích hợp bất kỳ có thể được sử dụng. Ưu tiên hơn là chất kết dính tự oxy hóa là nhựa ankyl. Nhựa ankyl trong bản mô tả này có nghĩa là ankyl và ankyl biến tính, ví dụ như ankyl biến tính với polyuretan, ankyl biến tính với silicon, ankyl biến tính với styren, ankyl biến tính với (met)acrylic, ankyl vinyl hóa, ankyl biến tính với polyamit, hoặc ankyl biến tính với epoxy.

Nhựa ankyl bất kỳ thích hợp có thể được sử dụng. Nhựa ankyl như vậy đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế. Nhựa ankyl tự oxy hóa thích hợp để sử dụng trong sáng chế nói chung là sản phẩm của phản ứng este hóa rượu đa chức với axit đa chức (hoặc anhydrit của chúng) và axit béo chưa bão hòa (hoặc este glycerin của chúng), ví dụ dẫn xuất từ dầu lanh, dầu thầu, dầu thông cũng như các dầu khô hoặc

bán khô khác. Các tính chất chủ yếu được xác định bởi bản chất và tỉ lệ của rượu và axit được sử dụng và bởi mức độ ngưng tụ. Nhựa ankyt có thể có phân tử lượng, độ béo hay dây dầu, hoặc tính chưa bão hòa bất kỳ thích hợp của các mạch axit béo của chúng.

Pha lỏng không nước là pha lỏng và có thể bao gồm dung môi hữu cơ thích hợp để hòa tan chất kết dính tự oxy hóa, ví dụ dung môi thơm như toluen hoặc xylen, hoặc dung môi hydrocarbon béo như alkan mạch thẳng hoặc mạch nhánh bao gồm từ 6 đến 10 nguyên tử cacbon. Các dung môi thương phẩm như Shellsol^(R) D40, Shellsol^(R) D60, Dowanol^(R) PMA, và Solvesso^(R)-150 có thể được sử dụng.

Nhựa có thể tự oxy hóa có thể có mặt trong chế phẩm phủ nước trong dầu với lượng bất kỳ thích hợp, tùy thuộc dự định sử dụng của chất phủ. Ưu tiên hơn là, pha lỏng không nước bao gồm từ 20% khối lượng đến 95% khối lượng là nhựa có thể tự oxy hóa tính trên tổng khối lượng của pha lỏng không nước, ưu tiên hơn là từ 30 đến 90% khối lượng, ưu tiên hơn là từ 35 đến 70% khối lượng.

Chất hoạt động bề mặt có thể được sử dụng để trợ giúp quá trình nhũ tương hóa nước trong pha lỏng không nước. Chất hoạt động bề mặt thích hợp đã được biết trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế và bao gồm các chất hoạt động bề mặt anion, cation và/hoặc không ion. Ưu tiên hơn là, chế phẩm theo sáng chế có thêm một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt.

Chế phẩm phủ có thể bao gồm một hoặc nhiều chất phụ gia. Chất phụ gia bất kỳ đã biết là phù hợp với chế phẩm phủ có chất kết dính tự oxy hóa, chẳng hạn như ankyt, có thể được sử dụng. Ví dụ về chất phụ gia thích hợp bao gồm chất chống nhăn màng sơn, chất chống tia tử ngoại, chất phân tán, chất hoạt động bề mặt, chất chống tĩnh điện, chất chống cháy, chất bôi trơn, chất chống tạo bọt, chất hóa dẻo, chất chống đông, sáp và chất làm đặc. Tổng khối lượng các chất phụ gia thường dưới 5% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm phủ, ưu tiên hơn là dưới 3 % khối lượng.

Chế phẩm phủ nước trong dầu có thể được điều chế theo cách bất kỳ thích hợp, thường là bằng cách nhũ tương hóa nước, trong điều kiện độ trượt cao, trong pha

không nước có chất kết dính tự oxy hóa. Các phương pháp nhũ tương hóa thích hợp đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế. Ví dụ, phân vật liệu và phương pháp của tài liệu Aurenty et al., Langmuir, 1995 vol. 11, pp 4712-4718, bộc lộ phương pháp nhũ tương hóa thích hợp.

Chế phẩm phủ theo sáng chế có thể, ví dụ, được sử dụng làm chất kết dính, sơn lót, sơn bề mặt, sơn độ bóng cao hoặc sơn mờ, sơn gỗ, hoặc sơn tường hoặc sơn sàn. Chế phẩm phủ có thể được sử dụng thích hợp để phủ nền bất kỳ thích hợp, ví dụ như gỗ, nền gốc gỗ (ví dụ như ván xơ ép, ván dăm ép), kim loại, nền vô cơ (ví dụ như đá, vữa, bê tông, xi măng, thạch cao), nền chất dẻo, nền gốc xơ sợi, nền gốm sứ như thủy tinh, hắc ín, da, giấy.

Sáng chế còn liên quan đến nền được phủ lớp phủ được kết tụ từ chế phẩm phủ nước trong dầu theo sáng chế. Chế phẩm phủ nước trong dầu có thể được phủ lên nền bằng phương pháp bất kỳ thích hợp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế, chẳng hạn như sơn bằng cọ, nhúng, phun hoặc phủ bằng con lăn.

Sáng chế còn liên quan đến quy trình cải thiện tính chậm khô do lão hóa của chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm các bước:

a. cung cấp chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm pha nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước, trong đó pha lỏng không nước bao gồm chất kết dính tự oxy hóa, và trong đó chế phẩm phủ bao gồm chất làm khô chính;

b. hòa tan trong pha nước muối như được xác định trên đây liên quan đến chế phẩm phủ theo sáng chế, với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% khối lượng tính trên khối lượng của pha nước, ưu tiên hơn là từ 1 đến 5% khối lượng.

Chế phẩm phủ nước trong dầu của bước a. như được mô tả trên đây, bao gồm các đặc điểm ưu tiên của nó, trừ việc không có muối kim loại kiềm hoặc kiềm thổ được hòa tan trong pha nước.

Bằng cách hòa tan muối như vậy trong pha nước trong bước b., tính chất chậm khô do lão hóa của chế phẩm được cải thiện so với tính chất chậm khô do lão hóa của chế phẩm phủ nước trong dầu ban đầu. Cần hiểu rằng bằng cách thêm muối tan trong nước vào chế phẩm phủ, muối tan trong pha nước.

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

Ví dụ thực hiện sáng chế

Thời gian khô

Thời gian khô được xác định theo ASTM D5895-13 trong đó sử dụng bộ ghi BK (độ dày màng ướt 90 μm). Sau khi phủ màng lên tấm thủy tinh (300 x 25 mm), kim cùn thẳng đứng, được ép với tải 5g, được đặt lên màng mới phủ và sau đó kéo theo đường thẳng suốt sơn đang khô theo chiều dọc của tấm. Đại lượng gọi là “thời gian khô cứng”, tức là khi quá trình khô đã diễn tiến đủ đến mức màng sơn không còn bị dôi chỗ nữa (Giai đoạn III của quá trình khô theo ASTM D5895-13) được xác định đối với sơn mới (trong vòng một ngày từ khi điều chế) và sơn đã được bảo quản ở 35°C hoặc 50 °C trong 2, 5 hoặc 8 tuần. Thời gian khô được xác định ở nhiệt độ 10°C và độ ẩm tương đối 85% và ở nhiệt độ 23 °C và độ ẩm tương đối 50%. Quá trình khô ở 10°C được x bằng các phủ sơn ở 23°C. Ngay sau khi phủ, tấm thủy tinh đã sơn được di chuyển vào phòng có nhiệt độ 10°C.

Chế phẩm phủ nước trong dầu

Gốc A (đối chứng) – không muối

Chế phẩm nước trong dầu gốc A được điều chế bao gồm 15,5 phần khối lượng nước được nhũ tương hóa trong pha không nước bao gồm 48 phần khối lượng ankyt (Setal 270 SM-70 (Allnex; nhựa ankyt mạch dài khô trong không khí dạng thương phẩm có gốc là dầu đỗ tương), 24,5 phần khối lượng Tioxide TR 92 (titan đioxit, dạng rutin, Huntsman Pigments), 0,1 phần khối lượng Nuosperse 657 (chất thấm ướt và phân tán, Elementis Specialties), 0,2 phần khối lượng Bentone SD-1 (chất phụ gia lưu biến, Elementis Specialties), 0,4 phần khối lượng Exkin 2 (metyl etyl ketoxim, Huntsman Pigments), và 8,2 phần khối lượng Exxsol D40 (naphta (dầu mỏ) nặng được xác định hydro).

Gốc B - natri 2-etyl hexanoat

Chế phẩm nước trong dầu gốc B được điều chế tương tự như chế phẩm gốc A, trừ việc 15,5 phần khối lượng của dung dịch natri 2-etyl hexanoat 2 % khối lượng trong nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước thay vì nước.

Gốc C (đối chứng) – không muối

Chế phẩm nước trong dầu gốc C được điều chế tương tự như chế phẩm gốc A, trừ việc 15,4 phần khối lượng nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước và pha lỏng không nước bao gồm 12,1 phần khối lượng Exxsol D40.

Gốc D - natri 2-etyl hexanoat

Chế phẩm nước trong dầu gốc D được điều chế tương tự như chế phẩm gốc C, trừ việc 15,4 phần khối lượng dung dịch natri 2-etyl hexanoat 2,0% khối lượng trong nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước thay vì nước.

Gốc E (đối chứng) - natri clorua

Chế phẩm nước trong dầu gốc E được điều chế tương tự như chế phẩm gốc C, trừ việc 15,4 phần khối lượng dung dịch natri clorua 1,0% khối lượng trong nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước thay vì nước.

Gốc F - natri axetat trihydrat

Chế phẩm nước trong dầu gốc F được điều chế tương tự như chế phẩm gốc C, trừ việc 15,4 phần khối lượng dung dịch natri axetat trihydrat 2,3 % khối lượng trong nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước thay vì nước.

Gốc G (đối chứng) – không muối

Chế phẩm nước trong dầu gốc G được điều chế tương tự như chế phẩm gốc A, trừ việc 15,4 phần khối lượng nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước và pha lỏng không nước bao gồm 48,4 phần khối lượng ankyl (Setal 270 SM-70) và 13,6 phần khối lượng Exxsol D40.

Gốc H - natri 2-etyl hexanoat

Chế phẩm nước trong dầu gốc H được điều chế tương tự như chế phẩm gốc G, trừ việc 15,4 phần khối lượng dung dịch natri 2-etyl hexanoat 2,0% khối lượng trong nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước thay vì nước.

Gốc I - natri 2-etyl hexanoat

Chế phẩm nước trong dầu gốc I được điều chế bao gồm 15,7 phần khối lượng dung dịch natri 2-etyl hexanoat 1,6 % khối lượng trong nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước bao gồm 49 phần khối lượng ankyl (Setal 270 SM-70), 25 phần

khối lượng Tioxide TR 92, 0,1 phần khối lượng Nuosperse 657, 0,2 phần khối lượng Bentone SD-1, 0,4 phần khối lượng Exkin 2, 8,3 phần khối lượng Exxsol D40, 0,5 phần khối lượng Nuodex Ca5, và 1,0 phần khối lượng Nuodex Zr18.

Gốc J – kali axetat

Chế phẩm nước trong dầu gốc J được điều chế tương tự như chế phẩm gốc I, trừ việc 15,7 phần khối lượng dung dịch kali axetat 1,2 % khối lượng trong nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước.

Gốc K – liti axetat dihydrat

Chế phẩm nước trong dầu gốc K được điều chế tương tự như chế phẩm gốc I, trừ việc 15,7 phần khối lượng dung dịch liti axetat dihydrat 1,2 % khối lượng trong nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước.

Gốc L – magie axetat tetrahydrat

Chế phẩm nước trong dầu gốc L được điều chế tương tự như chế phẩm gốc I, trừ việc 15,7 phần khối lượng dung dịch magie axetat tetrahydrat 2,5% khối lượng trong nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước.

Bảng 1 Chế phẩm nước trong dầu

Gốc	Muối	
A	không	đối chứng
B	natri 2-etyl hexanoat	sáng chế
C	không	đối chứng
D	natri 2-etyl hexanoat	sáng chế
E	natri clorua	đối chứng
F	natri axetat trihydrat	sáng chế
G	không	đối chứng
H	natri 2-etyl hexanoat	sáng chế
I	natri 2-etyl hexanoat	sáng chế
J	kali axetat	sáng chế
K	liti axetat dihydrat	sáng chế
L	magie axetat tetrahydrat	sáng chế

Điều chế sơn với chất làm khô

Các sơn hoàn tất khác nhau được điều chế bằng cách thêm chất làm khô chính tùy chọn thêm chất làm khô phụ (Nuodex Ca5) và chất làm khô phụ trợ (Nuodex Zr18). Các chất làm khô được liệt kê trong Bảng 2.

Bảng 2 Các chất làm khô được sử dụng trong các ví dụ

mã	mô tả	tên thương mại (nhà cung cấp)	% khối lượng kim loại
Co	coban neodecanoat	Durham Nuodex Coban 10 Neo (Venator)	10
DC	phức chất của Mn và 1,4,7-trimetyl-1,4,7-triazaxyclononan	Nuodex® DryCoat (Venator)	1
BOC	phức chất của Fe và bispidon	Borchi OXY- Coat (Borchers)	0,09
Mn/ phối tử	mangan etylhexanoat + phối tử trimethyltriazaxyclononan (tỉ lệ mol 1:1)	Nuodex Mn10 (B+Venator)/phối tử (Catexel)	
DriCAT	phức chất của Mn và phối tử hữu cơ	DriCAT 2700F (Dura Chemicals)	0,1
ECOS	polyme chứa coban	ECOS ND 15 (Umicore)	4
Ca	canxi cacboxylat	Nuodex Ca5 (Venator)	5
Zr	zirconi cacboxylat	Nuodex Zr18 (Venator)	18

Ví dụ 1 – Châm khô do lão hóa sau khi bảo quản ở 35°C

Sơn được điều chế bằng các sử dụng chế phẩm gốc A và chế phẩm gốc B bằng cách thêm các chất làm khô thuộc loại được chỉ ra trong Bảng 3. Thời gian khô ban đầu và thời gian khô sau 2, 5 và 8 tuần bảo quản ở 35°C được xác định như đã mô tả trên đây.

Bảng 3 – Tác dụng của natri cacboxylat đối với tính chất chậm khô do lão hóa (bảo quản ở 35 °C)

Sơn số	Gốc	Chất làm khô chính	Chất cùng làm khô	Thời gian khô BK ở 10 °C (giờ)				Thời gian khô BK ở 23 °C (giờ)			
				ban đầu	2 tuần	5 tuần	8 tuần	ban đầu	2 tuần	5 tuần	8 tuần
1.1	A	Mn ^a /phối tử	Ca ^c +Zr ^d	3,6	5,5	10,4	10,3	2,8	3,4	5,4	4,5
1.2	B	Mn ^a /phối tử	Ca ^c +Zr ^d	3,3	4,0	5,6	6,5	1,8	1,9	3,8	2,4
1.3	A	Co ^b	Ca ^c +Zr ^d	5,8	8,6	9,4	11,6	2,8	6,1	5,4	7,8
1.4	B	Co ^b	Ca ^c +Zr ^d	4,4	6,3	7,5	8,3	2,0	3,1	4,3	4,7

^a 1.0×10^{-2} % khối lượng Mn trên tổng khối lượng chế phẩm; ^b $3.4 \cdot 10^{-2}$ % khối lượng Co trên tổng khối lượng chế phẩm; ^c $2.4 \cdot 10^{-2}$ % khối lượng Ca trên tổng khối lượng chế phẩm; ^d $17 \cdot 10^{-2}$ % khối lượng Zr trên tổng khối lượng chế phẩm.

Các ví dụ này cho thấy thêm natri 2-etyl hexanoat vào pha nước của sơn alyt nước trong dầu làm giảm thời gian khô của cả sơn mới lẫn sơn đã lão hóa.

Ví dụ 2 – Chậm khô do lão hóa sau khi bảo quản ở 50°C

Sơn được điều chế bằng cách sử dụng các chế phẩm gốc C, D, E và F bằng cách thêm các chất làm khô thuộc loại được chỉ ra trong Bảng 4. Thời gian khô ban đầu và thời gian khô sau 2, 5 và 8 tuần bảo quản ở 50°C được xác định như đã mô tả trên đây.

Sơn với chế phẩm gốc C (không muối) và sơn với chế phẩm gốc E (với muối natri clorua) là các ví dụ so sánh. Các ví dụ này cho thấy thêm natri clorua không có hoặc có tác dụng rất nhỏ đối với quá trình khô. Tất cả các sơn với natri 2-etyl hexanoat (sơn với chế phẩm gốc D) đều cho thấy sự giảm thời gian sấy khi so với sơn không có muối. Tương tự, thêm natri axetat (sơn với chế phẩm gốc F) làm giảm thời gian khô cả

ở 10°C lẫn 23°C, đặc biệt là sau khi bảo quản sơn trong 2-8 tuần ở 50°C. Người thông thạo trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế tất biết rằng bảo quản ở nhiệt độ cao là chỉ thị tốt của các tính chất phủ khi bảo quản kéo dài ở nhiệt độ phòng.

Bảng 4 Tác dụng của muối natri đối với tính chậm khô do lão hóa (bảo quản ở 50°C)

Sơn số	Gốc	Chất làm khô chính	Chất cùng làm khô	Thời gian khô BK ở 10°C (giờ)				Thời gian khô BK ở 23°C (giờ)			
				ban đầu	2 tuần	5 tuần	8 tuần	ban đầu	2 tuần	5 tuần	8 tuần
2.1	C	Mn ^e /phối tử	Ca ^c +Zr ^d	3,0	6,5	7,8	8,0	1,8	1,8	3,6	4,5
2.2	D	Mn ^e /phối tử	Ca ^c +Zr ^d	3,5	4,5	5,8	7,4	2,8	1,7	2,4	3,3
2.3	E	Mn ^e /phối tử	Ca ^c +Zr ^d	4,5	10,7	12,1	9,5	3,4	4,1	6,0	6,7
2.4	F	Mn ^e /phối tử	Ca ^c +Zr ^d	2,9	5,3	6,4	5,8	2,2	4,0	2,5	3,5
2.5	C	Mn ^e /phối tử	không	4,5	10,5	10,1	8,1	4,0	4,9	5,8	5,1
2.6	D	Mn ^e /phối tử	không	5,3	9,1	8,8	6,9	3,4	3,5	4,5	3,8
2.7	E	Mn ^e /phối tử	không	3,2	14,5	14,5	10,8	3,5	4,1	5,0	4,4
2.8	F	Mn ^e /phối tử	không	3,8	7,7	5,9	6,3	3,5	2,8	4,2	4,0
2.9	C	Co ^b	Ca ^c +Zr ^d	4,6	>20	>20	>20	1,8	9,3	>20	>20
2.10	D	Co ^b	Ca ^c +Zr ^d	4,5	14,7	>20	>20	1,2	6,7	10,3	15,8
2.11	E	Co ^b	Ca ^c +Zr ^d	4,6	>20	>20	>20	1,8	6,5	11,5	12,2
2.12	F	Co ^b	Ca ^c +Zr ^d	4,5	9,3	8,8	8,8	2,0	3,4	4,7	5,3

2.13	C	Co ^b	không	8,1	>20	>20	>20	5,1	>20	>20	>20
2.14	D	Co ^b	không	6,7	>20	>20	>20	2,0	15,2	17,7	16,5
2.15	E	Co ^b	không	8,6	>20	>20	>20	4,8	17,8	17,8	16,7
2.16	F	Co ^b	không	5,9	12,9	>20	16,5	3,3	6,6	10,0	8,4
2.17	C	DC ^f	Ca ^c +Zr ^d	3,5	10,3	12,3	16,3	3,3	6,1	12,4	14,3
2.18	D	DC ^f	Ca ^c +Zr ^d	3,2	6,4	9,9	9,9	2,3	2,4	4,4	3,6
2.19	E	DC ^f	Ca ^c +Zr ^d	3,8	13,6	18,3	>20	2,0	4,2	4,8	4,8
2.20	F	DC ^f	Ca ^c +Zr ^d	3,0	7,0	6,9	5,8	1,7	3,5	2,3	2,3
2.21	C	DC ^f	không	9,5	>20	>20	15,0	3,3	>20	>20	9,0
2.22	D	DC ^f	không	3,3	13,3	>20	12,0	2,4	7,1	7,1	4,1
2.23	E	DC ^f	không	11,1	>20	>20	>20	4,7	10,3	11,4	8,3
2.24	F	DC ^f	không	6,5	8,3	10,3	9,0	2,9	3,3	3,8	2,7

^b $3.4.10^{-2}$ % khối lượng Co trên tổng khối lượng chế phẩm; ^c $2.4.10^{-2}$ % khối lượng Ca trên tổng khối lượng chế phẩm; ^d 17.10^{-2} % khối lượng Zr trên tổng khối lượng chế phẩm; ^e $2.9.10^{-2}$ % khối lượng Mn trên tổng khối lượng chế phẩm; ^f $1.0.10^{-2}$ % khối lượng Mn trên tổng khối lượng chế phẩm.

Ví dụ 3 - Chậm khô do lão hóa sau khi bảo quản ở 50°C

Sơn được điều chế bằng cách sử dụng các chế phẩm gốc G và H bằng cách thêm các chất làm khô thuộc loại được chỉ ra trong Bảng 5. Sơn với chế phẩm gốc G là các ví dụ so sánh; sơn với chế phẩm gốc H là ví dụ theo sáng chế. Thời gian khô ban đầu và thời gian khô sau 2, 5 và 8 tuần bảo quản ở 35°C được xác định như đã mô tả trên đây.

Bảng 5 Tác dụng của các muối natri đối với tính chậm khô do lão hóa (bảo quản ở 50°C)

Số số	Gốc	Chất làm khô chính	Chất làm khô chính metal (% khối lượng)	Chất cùng làm khô	Thời gian khô BK ở 10 °C (giờ)				Thời gian khô BK ở 23 °C (giờ)			
					ban đầu	2 tuần	5 tuần	8 tuần	ban đầu	2 tuần	5 tuần	8 tuần
3.1	G	DC	$4,8 \cdot 10^{-3}$	Ca ^c +Zr ^d	6,8	14,7	>20	>20	2,7	6,7	13,0	>20
3.2	H	DC	$4,8 \cdot 10^{-3}$	Ca ^c +Zr ^d	4,7	8,6	12,1	14,6	2,5	3,8	5,0	6,0
3.3	G	DC	$4,8 \cdot 10^{-3}$	không	15,5	>20	>20	>20	7,2	>20	>20	>20
3.4	H	DC	$4,8 \cdot 10^{-3}$	không	7,0	>20	>20	>20	3,1	9,8	10,1	5,4
3.5	G	DC	$9,5 \cdot 10^{-3}$	Ca ^c +Zr ^d	3,5	6,9	13,9	13,4	3,0	3,6	6,8	7,5
3.6	H	DC	$9,5 \cdot 10^{-3}$	Ca ^c +Zr ^d	2,7	5,0	6,9	7,1	1,4	1,8	3,0	3,3
3.7	G	DC	$9,6 \cdot 10^{-3}$	không	8,1	17,5	>20	>20	3,3	12,2	>20	13,6
3.8	H	DC	$9,6 \cdot 10^{-3}$	không	3,3	11,9	13,8	13,7	1,9	4,9	6,3	4,5
3.9	G	DriCAT	$4,8 \cdot 10^{-4}$	Ca ^c +Zr ^d	8,5	12,5	13,5	14,7	7,2	12,4	11,6	11,6
3.10	H	DriCAT	$4,8 \cdot 10^{-4}$	Ca ^c +Zr ^d	6,5	10,4	10,5	11,0	4,5	7,6	7,2	7,3
3.11	G	DriCAT	$4,8 \cdot 10^{-4}$	không	17,5	>20	>20	>20	16,2	18,2	>20	>20
3.12	H	DriCAT	$4,8 \cdot 10^{-4}$	không	11,1	14,9	15,7	16,2	10,3	12,2	12,3	14,7
3.13	G	DriCAT	$9,5 \cdot 10^{-4}$	Ca ^c +Zr ^d	6,7	9,1	9,3	8,8	4,0	7,9	7,6	6,5
3.14	H	DriCAT	$9,5 \cdot 10^{-4}$	Ca ^c +Zr ^d	3,9	7,7	7,0	6,7	2,8	5,7	5,0	3,7
3.15	G	DriCAT	$9,6 \cdot 10^{-4}$	không	11,5	15,0	16,1	13,7	9,1	12,4	14,4	12,1
3.16	H	DriCAT	$9,6 \cdot 10^{-4}$	không	7,2	11,3	10,6	10,4	4,8	7,8	9,2	10,5
3.17	G	BOC	$4,3 \cdot 10^{-4}$	Ca ^c +Zr ^d	10,1	>20	>20	>20	5,2	>20	17,5	18,1
3.18	H	BOC	$4,3 \cdot 10^{-4}$	Ca ^c +Zr ^d	5,1	16,0	>20	>20	2,6	11,1	13,6	11,3
3.19	G	BOC	$4,3 \cdot 10^{-4}$	không	>20	>20	>20	>20	10,3	>20	>20	>20
3.20	H	BOC	$4,3 \cdot 10^{-4}$	không	11,2	>20	>20	>20	4,0	>20	>20	>20
3.21	G	BOC	$8,5 \cdot 10^{-4}$	Ca ^c +Zr ^d	6,0	11,6	15,9	17,5	2,8	9,1	8,9	8,3
3.22	H	BOC	$8,5 \cdot 10^{-4}$	Ca ^c +Zr ^d	4,1	8,1	8,9	10,3	2,1	4,3	5,6	3,3

3.23	G	BOC	$8,6 \cdot 10^{-4}$	không	14,9	>20	>20	>20	7,7	15,2	15,2	14,9
3.24	H	BOC	$8,6 \cdot 10^{-4}$	không	6,9	15,2	>20	>20	2,4	8,7	11,1	8,2
3.25	G	Co	$1,9 \cdot 10^{-2}$	$\text{Ca}^c + \text{Zr}^d$	6,2	15,1	>20	>20	2,3	11,3	>20	>20
3.26	H	Co	$1,9 \cdot 10^{-2}$	$\text{Ca}^c + \text{Zr}^d$	3,9	15,1	>20	>20	1,8	9,3	13,2	13,7
3.27	G	Co	$1,9 \cdot 10^{-2}$	không	13,0	>20	>20	>20	7,7	>20	>20	>20
3.28	H	Co	$1,9 \cdot 10^{-2}$	không	7,7	>20	>20	>20	3,3	16,1	>20	>20
3.29	G	Co	$3,8 \cdot 10^{-2}$	$\text{Ca}^c + \text{Zr}^d$	3,6	9,0	16,7	>20	1,8	4,6	11,3	14,5
3.30	H	Co	$3,8 \cdot 10^{-2}$	$\text{Ca}^c + \text{Zr}^d$	2,2	6,9	9,1	12,1	1,6	3,3	5,1	7,7
3.31	G	Co	$3,8 \cdot 10^{-2}$	không	7,5	>20	>20	>20	2,8	16,7	>20	>20
3.32	H	Co	$3,8 \cdot 10^{-2}$	không	4,5	13,9	>20	>20	2,7	7,2	15,2	17,3
3.33	G	ECOS	$1,9 \cdot 10^{-2}$	$\text{Ca}^c + \text{Zr}^d$	6,7	16,3	>20	>20	2,5	11,5	>20	>20
3.34	H	ECOS	$1,9 \cdot 10^{-2}$	$\text{Ca}^c + \text{Zr}^d$	4,0	15,7	>20	>20	1,9	10,0	13,1	13,7
3.35	G	ECOS	$1,9 \cdot 10^{-2}$	không	15,0	>20	>20	>20	9,5	>20	>20	>20
3.36	H	ECOS	$1,9 \cdot 10^{-2}$	không	8,6	>20	>20	>20	3,6	16,3	>20	>20
3.37	G	ECOS	$3,8 \cdot 10^{-2}$	$\text{Ca}^c + \text{Zr}^d$	4,0	10,0	>20	>20	1,6	5,2	12,8	>20
3.38	H	ECOS	$3,8 \cdot 10^{-2}$	$\text{Ca}^c + \text{Zr}^d$	2,5	7,7	11,0	14,5	1,5	4,2	6,0	8,2
3.39	G	ECOS	$3,8 \cdot 10^{-2}$	không	7,7	>20	>20	>20	2,9	15,9	>20	>20
3.40	H	ECOS	$3,8 \cdot 10^{-2}$	không	4,6	14,3	>20	>20	2,5	7,7	15,6	16,1

^c $2,4 \cdot 10^{-2}$ % khối lượng Ca trên tổng khối lượng chế phẩm; ^d $17 \cdot 10^{-2}$ % khối lượng Zr trên tổng khối lượng chế phẩm.

Kết quả trên Bảng 5 cho thấy thêm muối natri cacboxylat tan trong nước vào pha nước của chế phẩm phủ nước trong dầu dẫn đến giảm sự tăng thời gian khô khi đã lão hóa. Các ví dụ này còn cho thấy tác dụng này xảy ra đối với các chất làm khô chính khác nhau, bất kể có hay không hiện diện các chất cùng làm khô.

Ví dụ 4 – muối với các kim loại khác nhau

Sơn được điều chế bằng cách sử dụng các chế phẩm gốc I, J, K, và L bằng cách thêm chất làm khô chính thuộc loại được chỉ ra trong Bảng 6. Lượng nhỏ Exxsol D40

được thêm vào (2-3 % khối lượng trên tổng khối lượng chế phẩm) để giữ phần khối lượng của phần lỏng không đổi. Thời gian khô ban đầu và thời gian khô sau 2, 5 và 8 tuần bảo quản ở 35°C được xác định như đã mô tả trên đây.

Bảng 6 Tác dụng của các muối cacboxylat đối với tính chậm khô do lão hóa (bảo quản ở 50°C)

Sơn số	Gốc	Chất làm khô chính	Chất cùng làm khô	Thời gian khô BK ở 10 °C (giờ)				Thời gian khô BK ở 23 °C (giờ)			
				ban đầu	2 tuần	5 tuần	8 tuần	ban đầu	2 tuần	5 tuần	8 tuần
4.1	I	DC ^a	Ca ^c +Zr ^d	3,6	6,3	6,8	6,9	1,5	2,4	2,8	2,6
4.2	J	DC ^a	Ca ^c +Zr ^d	3,8	7,3	6,4	6,3	2,6	2,9	3,3	2,7
4.3	K	DC ^a	Ca ^c +Zr ^d	3,7	6,3	6,8	6,7	2,5	2,4	3,2	2,6
4.4	L	DC ^a	Ca ^c +Zr ^d	3,6	5,8	6,3	6,8	1,8	2,5	2,1	2,4
4.5	I	Co ^b	Ca ^c +Zr ^d	4,1	7,1	7,3	9,3	1,1	3,7	4,3	4,5
4.6	J	Co ^b	Ca ^c +Zr ^d	3,7	7,3	8,3	10,5	1,7	4,3	5,5	5,5
4.7	K	Co ^b	Ca ^c +Zr ^d	4,5	7,1	7,8	8,6	1,1	3,5	3,8	4,8
4.8	L	Co ^b	Ca ^c +Zr ^d	4,2	7,0	6,5	7,0	1,2	4,0	3,8	3,8

^a $1,0 \cdot 10^{-2}$ % khối lượng Mn trên tổng khối lượng chế phẩm; ^b $3,4 \cdot 10^{-2}$ % khối lượng Co trên tổng khối lượng chế phẩm; ^c $2,4 \cdot 10^{-2}$ % khối lượng Ca trên tổng khối lượng chế phẩm; ^d $17 \cdot 10^{-2}$ % khối lượng Zr trên tổng khối lượng chế phẩm.

Ví dụ 5 – Hồi sinh sơn

Sơn nước trong dầu 5A được điều chế prepared bao gồm 15,4 phần khối lượng nước được nhũ tương hóa trong pha không nước bao gồm 48,5 phần khối lượng ankyt (Setal 270 SM-70), 24,4 phần khối lượng Tioxide TR 92, 0,1 phần khối lượng Nuosperse 657, 0,2 phần khối lượng Bentone SD-1, 0,4 phần khối lượng Exkin 2, 12,6 phần khối lượng Exxsol D 40, 0,5 phần khối lượng Nuodex Ca5, 1,0 phần khối lượng Nuodex Zr18, và 1,0 phần khối lượng Nuodex DryCoat.

Thời gian khô được xác định tại thời điểm một ngày sau khi điều chế sơn (thời gian khô ban đầu) bằng các sử dụng phương pháp đã được mô tả trên đây. Sau đó sơn 5A được bảo quản ở 50°C trong 8 tuần, làm mát đến nhiệt độ phòng và chia thành 7 mẫu, từ 5A1 đến 5A7. Dung dịch muối thuộc loại và với lượng được liệt kê trong Bảng 7 được thêm vào 104 phần khối lượng mẫu sơn. Mọi sơn bao gồm: 1,0.10⁻² % khối lượng Mn trên tổng khối lượng chế phẩm; 2,4.10⁻² % khối lượng Ca trên tổng khối lượng chế phẩm; và 17.10⁻² % khối lượng Zr trên tổng khối lượng chế phẩm.

Bảng 7 Tính chậm khô do lão hóa của sơn được hồi sinh

Sơn số	muối	nồng độ muối trong dung dịch (% khối lượng)	phần khối lượng được thêm vào	Thời gian khô BK ở 10 °C (giờ)		Thời gian khô BK ở 23 °C (giờ)	
				ban đầu	8 tuần	ban đầu	8 tuần
5A1	không			4,5	14,9	2,6	11,2
5A2	natri axetat trihydrat	50	0,49		6,6		3,3
5A3	kali axetat	50	0,35		6,3		2,8
5A4	liti axetat dihydrat	50	0,37		6,2		2,8
5A5	magie axetat tetra hydrat	50	0,77		7,0		2,6
5A6	natri 2-ethylhexanoat	50	0,60		5,8		2,5
5A7	natri propionat	9,1	1,91		6,3		2,3

Các kết quả này cho thấy sơn vốn có thời gian khô tốt chỉ vài giờ (sơn 5A) ngay sau khi điều chế. Sau khi lão hóa ở 50°C trong 8 tuần, thời gian khô đã tăng lên 14,9 và 11,2 giờ lần lượt ở 10°C và 23°C. Việc thêm muối cacboxylat kim loại kiềm hoặc kiềm thổ làm cho thời gian khô sau lão hóa có thể so sánh được với thời gian khô ban đầu.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm pha nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước, trong đó pha lỏng không nước bao gồm chất kết dính tự oxy hóa và trong đó muối được hòa tan trong pha nước, trong đó muối là muối cacbonat hoặc muối hữu cơ của kim loại kiềm hoặc kiềm thổ, và trong đó chế phẩm phủ bao gồm chất làm khô chính.
2. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm 1, trong đó kim loại kiềm hoặc kiềm thổ là liti, natri, kali, xesi, magie, canxi, stronti, hoặc bari, ưu tiên hơn là liti, natri, kali, xesi, hoặc magie.
3. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm 2, trong đó kim loại là natri.
4. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó muối là cacbonat hoặc cacboxylat của kim loại.
5. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm 3 và 4, trong đó muối là natri axetat, natri propionat, hoặc natri 2-etyl hexanoat.
6. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó muối có độ tan trong pha nước ít nhất là 100 g/l và trong đó độ tan của muối trong pha nước ít nhất 10 lần hơn độ tan của muối trong pha lỏng không nước.
7. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên bao gồm muối với hàm lượng trong phạm vi từ 0,1 đến 10% khối lượng, tính trên khối lượng pha nước, ưu tiên hơn là từ 1 đến 5% khối lượng.
8. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chế phẩm phủ bao gồm dưới 0,1% khối lượng là xyclodextrin, tính trên khối lượng của chất kết dính tự oxy hóa, ưu tiên hơn là không có xyclodextrin.
9. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó lượng nước cao hơn 1,0% khối lượng, ưu tiên hơn là cao hơn 5,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm phủ.

10. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó lượng nước thấp hơn 49% khối lượng, ưu tiên hơn là thấp hơn 25% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm phủ.
11. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chất kết dính tự oxy hóa là nhựa gốc ankyt, ưu tiên hơn là nhựa ankyt.
12. Nền được phủ chế phẩm được kết tụ từ chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11.
13. Quy trình cải thiện quá trình khô lão hóa của chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm các công đoạn:
 - a. cung cấp chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm pha nước được nhũ tương hóa trong pha lỏng không nước, trong đó pha lỏng không nước bao gồm chất kết dính tự oxy hóa, và trong đó chế phẩm phủ bao gồm chất làm khô chính; và
 - b. hòa tan muối được xác định cụ thể trong điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 6 trong pha nước với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% khối lượng tính trên khối lượng của pha nước, ưu tiên hơn là từ 1 đến 5% khối lượng.
14. Quy trình theo điểm 13, trong đó chất kết dính tự oxy hóa là nhựa ankyt.