



(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)



1-0038322

(51)⁷ C08G 63/695; C09D 167/02

(13) B

- (21) 1-2017-02355 (22) 21/12/2015
(86) PCT/EP2015/080769 21/12/2015 (87) WO2016/107779 07/07/2016
(30) 62/098473 31/12/2014 US; 62/098489 31/12/2014 US; 62/098510 31/12/2014 US;
62/098502 31/12/2014 US; 62/098499 31/12/2014 US
(45) 25/01/2024 430 (43) 25/10/2017 355A
(73) AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL B.V. (NL)
Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem, the Netherlands
(72) CRAUN, Gary Pierce (US); CHOUDHERY, Riaz Ahmad (GB); BODE, Daniel
(US); SIMON, Patrice (FR); RADEMACHER, Jude Thomas (US); MIALON,
Laurent (FR).
(74) Công ty TNHH Tư vấn sở hữu trí tuệ Việt (VIET IP CO.,LTD.)

(54) CHẾ PHẨM PHỦ GỐC DUNG MÔI HỮU CƠ VÀ NỀN KIM LOẠI ĐƯỢC PHỦ
BẢNG CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế liên quan đến chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ bao gồm thể phân tán gốc
dung môi hữu cơ gồm mạng trộn nóng chảy của polyme có nhóm chức epoxy và/hoặc
nhóm chức amino có liên kết polyme-O-Si-O-polyme và (co)polyme polyolefin có các
nhóm axit cacboxylic và/hoặc anhydrit axit cacboxylic, thể phân tán này có thể thu được
bởi quy trình bao gồm các công đoạn

(i) tạo thành mạng trộn nóng chảy từ tiền polyme, hợp chất có nhóm chức silan và
(co)polyme polyolefin không có dung môi hiện diện,

(ii) trộn mạng trộn nóng chảy với dung môi hữu cơ để tạo thành thể phân tán gốc dung
môi hữu cơ, và

(iii) làm nguội thể phân tán gốc dung môi hữu cơ.

Sáng chế còn đề cập đến nền kim loại được phủ chế phẩm phủ này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến thể phân tán gốc dung môi hữu cơ và chế phẩm phủ đặc biệt hữu dụng để bảo vệ bao bì kim loại để chứa thực phẩm và đồ uống và dùng trong các ứng dụng bít kín bằng nhiệt cho bao bì thực phẩm và đồ uống.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Bao bì kim loại để chứa thực phẩm và đồ uống, như hộp hoặc khay có nắp, thường được phủ mặt trong để tránh phản ứng giữa sản phẩm chứa bên trong bao bì và kim loại. Những phản ứng như vậy có thể dẫn đến hư hỏng không mong muốn của bao bì kim loại và các tác động làm hư hỏng sản phẩm chứa trong bao bì, đặc biệt là những thay đổi về chất lượng và mùi vị.

Chế phẩm phủ dùng cho phần bên trong vật chứa (bao bì) thực phẩm và đồ uống thường được phủ lên tấm kim loại phẳng bằng cách phủ bằng trục cán trước khi tấm phẳng được tạo hình thành vật chứa. Lớp phủ được làm khô và/hoặc đóng rắn trước khi kim loại được định hình thành dạng vật chứa. Vật chứa hay bao bì thường được tạo hình bằng quy trình kéo trước khi được nạp thực phẩm hoặc đồ uống. Chế phẩm phủ cần có độ dẻo, độ bám dính khả năng chịu tiệt trùng, các tính chất về độ bền và khả năng chịu hấp rất tốt. Độ dẻo và độ bám dính rất quan trọng nếu chế phẩm phủ là để duy trì sự nguyên vẹn trong quá trình tạo hình bao bì khi kim loại có phủ được định hình thành bao bì.

Khi bao bì được nạp thực phẩm hoặc đồ uống, phần bên trong bao bì thường được tiệt trùng bằng cách đun nóng bao bì đã hàn kín đến nhiệt độ từ 120°C đến 140°C trong từ 10 đến 90 phút. Sau đó lớp phủ đã đóng rắn tiếp xúc trực tiếp với phần chứa bên trong bao bì trong thời gian đáng kể, thời gian mà việc bảo quản có thể là nhiều năm. Trong quá trình tiệt trùng và bảo quản, lớp phủ cần phải duy trì tình trạng nguyên vẹn tránh bị ăn mòn kim loại và tránh sự di chuyển của kim loại vào phần chứa bên trong bao bì. Lớp phủ còn phải không được làm hư hại phần chứa bên trong

bao bì bằng cách phóng thích vật liệu không mong muốn hoặc thay đổi hương vị hoặc cảm quan của phần chứa bên trong bao bì. Các tính chất này ảnh hưởng không những đến hạn sử dụng của sản phẩm mà còn đến sức khỏe và an toàn của cộng đồng. Do đó, có những đòi hỏi đặc biệt nghiêm ngặt và cụ thể đối với các chế phẩm phủ dùng cho phần bên trong của vật chứa lưu giữ thực phẩm và đồ uống.

Trong một số ứng dụng, chế phẩm phủ được dùng để liên kết nắp với thân của vật chứa. Ví dụ, vật chứa thực phẩm cho thú cưng có thể được cung cấp trong khay có nắp mỏng bằng nhôm dài suốt chiều dài của nó. Nắp được gắn vào khay bởi chế phẩm phủ, thường là có liên kết ngang mà khi có nhiệt và áp suất thì tạo thành liên kết bám dính hoặc niêm kín giữa nắp và khay. Phần chứa bên trong vật chứa được truy cập chỉ đơn giản bằng cách lật ngược nắp nhôm đàn hồi, và nắp đến lượt nó bẻ gãy bộ phận niêm và chế phẩm phủ. Kết cấu như vậy còn gọi là đầu dễ mở của vật chứa. Cường độ chịu lực của bộ phận niêm kín rất quan trọng. Niêm phải đủ chắc để tồn tại được sau các quá trình sản xuất và nạp, nhưng không được chắc đến mức việc phá vỡ niêm trở nên khó khăn.

Trong nhiều ứng dụng, chế phẩm phủ tiếp xúc với thực phẩm hoặc đồ uống được phủ thành màng rất mỏng để tạo ra các màng khô không quá 10 μm . Khi đó, chế phẩm phủ phải không chứa vật liệu hạt lớn hơn kích thước đó. Các thể phân tán polyme thường được dùng để pha chế chế phẩm phủ như vậy, nhưng không may là các thể phân tán polyme đôi khi chứa những hạt quá lớn và không thích hợp với những màng rất mỏng. Ngoài ra, các chế phẩm phủ từ các thể phân tán polyme đôi khi không đồng đều với bề mặt thô ráp, tính năng bám dính và bảo vệ kém.

Mong muốn khác trong lĩnh vực này là giảm số lớp phủ và sử dụng chế phẩm phủ chỉ một lớp. Nếu có thể đạt được các tính chất mong muốn của một ứng dụng cụ thể chỉ với một lớp phủ, loại này được ưa thích hơn các hệ phủ nhiều lớp vì kết quả nhận được là quy trình phủ nhanh và đơn giản hơn và chi phí thấp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để thỏa mãn ít nhất một trong các mong muốn trên đây, sáng chế đề xuất quy trình điều chế thể phân tán gốc dung môi hữu cơ gồm mạng trộn nóng chảy của polyme có nhóm chức epoxy và/hoặc nhóm chức amino có liên kết polyme-O-Si-O-

polyme và (co)polyme polyolefin có các nhóm axit cacboxylic và/hoặc anhydrit axit cacboxylic, quy trình bao gồm các công đoạn:

- a) tạo thành mạng trộn nóng chảy từ tiền polyme, hợp chất có nhóm chức silan và (co)polyme polyolefin không có sự hiện diện của dung môi,
- b) trộn mạng trộn nóng chảy với dung môi hữu cơ tạo thành thể phân tán gốc dung môi hữu cơ, và
- c) làm nguội thể phân tán gốc dung môi hữu cơ.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ bao gồm

- a) thể phân tán gốc dung môi hữu cơ có thể thu được bởi quy trình theo sáng chế,
- b) polyme tạo màng,
- c) chất liên kết ngang, và
- d) chất xúc tác axit.

Mặt khác, sáng chế đề xuất nền kim loại được phủ chế phẩm phủ theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất quy trình điều chế thể phân tán gốc dung môi hữu cơ, bao gồm mạng trộn nóng chảy của polyme có nhóm chức epoxy và/hoặc nhóm chức amino có liên kết polyme-O-Si-O-polyme và (co)polyme polyolefin có các nhóm axit cacboxylic và/hoặc anhydrit axit cacboxylic.

Công đoạn (a) của quy trình bao gồm tạo thành mạng trộn nóng chảy từ tiền polyme, hợp chất có nhóm chức silan và (co)polyme polyolefin, không có dung môi hiện diện. Tiền polyme, hợp chất có nhóm chức silan và (co)polyme polyolefin có thể được trộn nóng chảy theo các thứ tự khác nhau, hoặc đồng thời.

Trong một số phương án, công đoạn trộn nóng chảy được thực hiện trước tiên bằng cách trộn nóng chảy tiền polyme và hợp chất có nhóm chức silan để tạo thành polyme có nhóm chức silan, làm nguội polyme có nhóm chức silan, sau đó trộn nóng chảy polyme có nhóm chức silan đã làm nguội với (co)polyme polyolefin để tạo thành mạng trộn nóng chảy. Polyme có nhóm chức silan có thể được điều chế bằng cách kéo dài mạch của tiền polyme với hợp chất có nhóm chức silan. Quá trình kéo dài mạch có thể được tiến hành bằng cách sử dụng các kỹ thuật polyme hóa thông thường đã biết.

Nếu tiền polyme có nhóm chức hydroxyl được sử dụng và hợp chất có nhóm chức silan chứa (các) nhóm alkoxy, trong quá trình kéo dài mạch, (các) nhóm alkoxy của hợp chất có nhóm chức silan sẽ phản ứng với các nhóm hydroxyl của tiền polyme tạo ra rượu và liên kết polyme-O-Si-O-polyme.

Trong một số phương án, công đoạn trộn nóng chảy được thực hiện trước hết bằng cách trộn nóng chảy (co)polyme polyolefin và hợp chất có nhóm chức silan để tạo thành sản phẩm trộn nóng chảy thứ nhất, làm nguội sản phẩm trộn nóng chảy thứ nhất, sau đó trộn nóng chảy sản phẩm trộn nóng chảy thứ nhất đã làm nguội với tiền polyme để tạo thành mạng trộn nóng chảy.

Trong một số phương án, công đoạn trộn nóng chảy được thực hiện bằng cách đồng thời trộn tiền polyme, (co)polyme polyolefin và hợp chất có nhóm chức silan để tạo thành mạng trộn nóng chảy.

Công đoạn trộn nóng chảy được thực hiện không có dung môi hiện diện. Trộn nóng chảy có nghĩa là các polyme trong hỗn hợp hiện diện dưới dạng nóng chảy, có nghĩa là sử dụng nhiệt độ cao. Nhiệt độ được sử dụng nói chung có thể nằm trong khoảng từ 100 đến 250 °C, ưu tiên hơn là trong phạm vi từ 130 đến 200 °C, ưu tiên hơn là từ 150 đến 180 °C. Thiết bị trộn nóng chảy bất kỳ có thể được dùng nếu thích hợp để xử lý khối dẻo dính nóng chảy. Trong một số phương án, trộn nóng chảy diễn ra trong điều kiện độ trượt cao như trong máy ép đùn để tạo thành sản phẩm trộn nóng chảy. Sản phẩm như vậy còn được gọi là sản phẩm ép đùn. Các hạt của sản phẩm ép đùn có thể được tùy ý cắt xé thành hạt nhỏ hơn.

Trong công đoạn (b) mạng trộn nóng chảy được trộn với dung môi hữu cơ để tạo thành thể phân tán gốc dung môi hữu cơ. Trong một số phương án, công đoạn này được thực hiện ở nhiệt độ cao, ưu tiên hơn là trong khoảng từ 50 đến 90 °C, ưu tiên hơn là nằm trong khoảng từ 65 đến 85 °C. Nếu máy ép đùn được sử dụng trong công đoạn (a), sản phẩm trộn nóng chảy có thể được ép đùn trực tiếp vào dung môi hữu cơ. Trong phương án khác, có thể tốt hơn là ép đùn sản phẩm trộn nóng chảy trước, tùy ý làm nguội, sau đó phân tán sản phẩm vào dung môi hữu cơ.

Dung môi hữu cơ thích hợp để được thể phân tán bao gồm hydrocacbon, xeton, este, ete và/hoặc rượu. Cũng có thể sử dụng hỗn hợp dung môi. Trong một số phương

án, dung môi hữu cơ là hydrocacbon thơm, như benzen, naphtalen, và các dẫn xuất thế của chúng, như toluen và xylen. Các ví dụ khác về dung môi thích hợp gồm glycol, và ete và este của chúng, như propylen glycol metyl ete axetat (PMA).

Trong công đoạn (c), thể phân tán gốc dung môi hữu cơ được làm nguội. Công đoạn làm nguội ưu tiên hơn là được thực hiện ở nhiệt độ thường hoặc nhiệt độ thích hợp để lọc. Nhiệt độ thường có nghĩa là nhiệt độ từ 15 đến 30 °C, ưu tiên hơn là từ 20 đến 25 °C. Quá trình làm nguội có thể được thực hiện một cách thụ động như để cho sản phẩm nguội đi, hoặc chủ động, ví dụ như sử dụng bể nước hoặc phương tiện làm nguội chủ động khác.

Kích thước hạt trung bình của các hạt của mạng trộn nóng chảy trong thể phân tán có thể, ví dụ, có giới hạn dưới là 2 µm, 3 µm hoặc 4 µm, và giới hạn trên là 8 µm, 7 µm, 6 µm hoặc 5 µm. Trong một số phương án, kích thước hạt trung bình ưu tiên là từ 4 đến 6 µm, ưu tiên hơn là khoảng 5 µm. Kích thước hạt trung bình được đo dưới dạng D₉₀ bằng nhiễu xạ laser với thiết bị Malvern Mastersizer™ 2000.

Tiền polyme

Tiền polyme là tiền chất polyme dùng cho mạng trộn nóng chảy. Trong một số phương án, tiền polyme gồm polyme polyeste, polyme polycarbonat, polyme polyete, polyme poly(met)acrylat, copolyme của axit (met)acrylic, axit (met)acrylic hoặc este của nó, polyuretan, polyme có nhóm chức hydroxyl bất kỳ khác, hoặc tổ hợp của chúng. Tiền polyme có thể có nhóm chức hydroxyl và/hoặc nhóm chức axit. Ưu tiên hơn là tiền polyme có nhóm chức hydroxyl.

Ưu tiên hơn là tiền polyme là polyeste, ưu tiên hơn là có nhóm chức hydroxyl. Polyeste có thể được điều chế bằng các phản ứng ngưng tụ và/hoặc cộng của các khối tạo dựng cơ bản có các nhóm chức tạo thành este. Ví dụ về nhóm chức tạo thành este là nhóm axit cacboxylic, nhóm cacboxylic anhydrit (vòng), nhóm cacboxylic este, nhóm hydroxy, nhóm epoxit, nhóm oxetan, và nhóm lacton. Để tạo thành polyeste, ít nhất một phần của các khối tạo dựng cơ bản được sử dụng phải có số nhóm chức ít nhất là 2. Tuy nhiên, các khối tạo dựng cơ bản có số nhóm chức là một, ba hoặc nhiều hơn cũng có thể được sử dụng. Trong một số phương án, cũng có thể có ích khi điều chế polyeste bằng phản ứng trao đổi este có rượu (alcoholic transesterification).

Khối tạo dựng cơ bản với nhóm chức hydroxyl, ví dụ như, là rượu đa chức (polyol), và thích hợp là rượu hai chức (điol). Diol có thể bao gồm diol béo mạch thẳng, mạch vòng hoặc mạch nhánh, ete glycol béo hoặc thơm, etylen glycol, 1,2-propandiol, 1,3-propandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, 2,2-đimetyl-1,3-propandiol, 2,2,4-trimetyl-1,3-pentandiol, 2-butyl-2-etyl-1,3-propandiol, 3-hydroxy-2,2-đimetylpropyl 3-hydroxy-2,2-đimetyl propanat, 1,3-butylen glycol, 1,4-butandiol, 3-metyl-1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 1,2-cyclohexandiol, 2,2-đimetyl heptandiol, 2,2-đimetyl octandiol, dietylen glycol, trietylen glycol, đipropylen glycol, tripropylen glycol, polyetylen glycol, dietylen ete glycol, poly(etylen ete) glycol, và các tổ hợp của chúng. Hỗn hợp phản ứng có thể, nếu muốn, chứa lượng nhỏ rượu đơn chức hoặc lượng nhỏ rượu có nhóm chức là ba hoặc nhiều hơn, bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở rượu 2-ethylhexylic, 2-cyclohexyl etanol, 2,2-đimetyl-1-propanol, rượu laurylic, rượu benzylic, cyclohexanol, glycerin, trimetylol propan, trimetylol etan, di-trimetylol propan, pentaerythritol, đipentaerythritol, tripentaerythritol, và các tổ hợp của chúng. Tiền polyme có thể được điều chế bằng cách polyme hóa một hoặc nhiều diol và một hoặc nhiều điaxit bằng cách sử dụng các kỹ thuật polyme hóa thông thường đã biết. Hỗn hợp phản ứng cũng có thể chứa rượu đa chức, rượu, monoaxit và/hoặc polyaxit, như chuyên gia trong lĩnh vực của sáng chế đã biết. Trong một số phương án, diol hiện diện với lượng từ 5 đến 95 % kl (khối lượng) tiền polyme.

Ưu tiên hơn, diol là diol mạch vòng. Trong một số phương án, monodiol mạch vòng được sử dụng. Ví dụ bao gồm cyclohexan đimetanol (CHDM), hydroquinon bis(2-hydroxyetyl)ete, đường vòng đơn, hoặc tổ hợp của chúng. Trong một số phương án, monodiol mạch vòng là CHDM. Trong một số phương án, monodiol mạch vòng hiện diện với lượng từ 1 đến 95 % kl tiền polyme.

Trong một số phương án, diol là polydiol mạch vòng. Polydiol mạch vòng có thể bão hòa hoặc chưa bão hòa. Ví dụ thích hợp gồm tricyclodecan đimetanol (TCDDM), isosorbit, isomannit, isoidit, 2,2,4,4-tetrametyl-1,3-cyclobutandiol, 2-metyl-1,3 propan diol, 2,2-bis-(p-hydroxycyclohexyl)-propan, 5-norbornene-2,2-đimetylol, 2,3-norbornene diol, hoặc tổ hợp của chúng. Trong một số phương án,

polydiol mạch vòng là TCDDM. Trong một số phương án, polydiol mạch vòng hiện diện với lượng từ 5 đến 95 % kl tiền polyme.

Trong một số phương án, monodiol mạch vòng và polydiol mạch vòng cùng được dùng để tạo thành tiền polyme. Trong một số phương án, tiền polyme là polyester được điều chế bằng cách polyme hóa monodiol mạch vòng và polydiol mạch vòng bão hòa với vai trò là polyol.

Khối tạo dựng cơ bản có nhóm chức cacboxyl có thể bao gồm ví dụ, axit polycarboxylic, axit dicarboxylic, axit polycarboxylic có nhiều nhóm chức axit, hoặc anhydrit, tiền chất hoặc dẫn xuất của chúng. Ưu tiên hơn, điaxit hoặc anhydrit của chúng được sử dụng. Ví dụ như axit maleic, axit fumaric, axit succinic, axit adipic, axit phtalic, axit tetrahydroptalic, axit metyltetrahydroptalic, axit hexahydroptalic, axit metylhexahydroptalic, axit kendometylentetrahydroptalic, axit azelaic, axit sebacic, axit isoptalic, axit 1,12 dodecanedioic, axit trimelitic, axit tereptalic, axit naphtalen dicarboxylic, axit cyclohexan dicarboxylic, axit glutaric, axit béo đime, anhydrit hoặc các dẫn xuất của chúng, sản phẩm cộng của điaxit, hợp chất một nhóm chức, hoặc tổ hợp của chúng. Trong một số phương án, khối tạo dựng cơ bản có nhóm chức cacboxyl hiện diện với lượng từ 5 đến 95 % kl hoặc 30 đến 70 % kl tiền polyme.

Trong một số phương án, tiền polyme polyester được điều chế bằng cách sử dụng lượng theo tỉ lệ của rượu đa chức và polyaxit.

Trong một số phương án, tiền polyme gồm polyme có nhóm chức epoxy có nhóm chức hydroxyl, ưu tiên hơn polyester có nhóm chức epoxy. Ví dụ thích hợp là polyester glycidoxi.

Tiền polyme có thể hiện diện, ví dụ, với lượng từ 40 đến 90 % kl, từ 60 đến 80 % kl, hoặc từ 60 đến 70 % kl sản phẩm trộn nóng chảy.

Tiền polyme thường có trọng lượng phân tử trung bình khối từ 200 đến 20.000 Dalton hoặc 400 đến 3.000 Dalton, được đo bằng sắc ký thẩm thấu gen (GPC) trong đó sử dụng polystyren làm chuẩn.

Hợp chất có nhóm chức silan và polymer

Hợp chất có nhóm chức silan hữu dụng trong sáng chế có thể bao gồm hợp chất có nhóm chức epoxy-silan, hợp chất có nhóm chức amino-silan, hoặc tổ hợp của chúng.

Nếu tiền polyme có nhóm chức hydroxyl, hợp chất có nhóm chức silan sẽ phản ứng với nhóm chức hydroxyl trong tiền polyme, tạo thành rượu để cho ra polyme silan có nhóm chức epoxy và/hoặc amino silan có liên kết polyme-O-Si-O-polyme. Khi phản ứng này diễn ra, độ nhớt của tiền polyme thường tăng. Ví dụ, ở 150°C, độ nhớt có thể từ 20 đến 500 poise.

Trong một số phương án, nhóm chức epoxy được cung cấp cho hợp chất silan có nhóm chức epoxy qua mạch cacbon có thể hoặc không thể, thẳng hoặc phân nhánh, được gắn với nguyên tử silic, như khi sử dụng hợp chất silan có nhóm chức epoxy CoatOSil® 2287 của Momentive (3-glycidoxypropylmetyldietoxysilan).

Hợp chất silan có nhóm chức epoxy và hợp chất silan có nhóm chức amino có thể bao gồm, ví dụ, hợp chất, etoxysilan, hợp chất dietoxysilan và/hoặc hợp chất trietoxysilan, như glycidoxypropylmetyldietoxysilan, glycidoxypropylmetyldietoxysilan, trimetoxysilylpropyl metacrylat, metacryloxypropyltrimetoxysilan, glycidylloxypropyltriethoxysilan, glycidylloxypropyltrimetoxysilan, amino-etylaminopropyltrimetoxysilan, vinyltriethoxysilan, tetrametoxysilan, tetraetoxysilan, metyltrimetoxysilan, bis(3-trietoxysilylpropyl)amin, bis(3-trimetoxysilylpropyl)amin, aminopropylmetyldietoxysilan, aminopropyltriethoxysilan, aminopropyltrimetoxysilan, benzylaminoetylaminopropyltrimetoxysilan, hoặc tổ hợp của chúng. Trong một số phương án, hợp chất silan có nhóm chức epoxy là hợp chất dietoxysilan. Ví dụ thích hợp khác là glycidoxypropyletoxymetylsilan (GPDEMS).

Trong một số phương án, hợp chất silan có nhóm chức epoxy và/hoặc hợp chất silan có nhóm chức amino hiện diện với tỉ lệ khối lượng là từ 10/90 đến 95/5 (co)polyme polyolefin.

Sau khi kéo dài mạch tiền polyme với hợp chất có nhóm chức silan, polyme có nhóm chức epoxy và/hoặc nhóm chức amino có liên kết polyme-O-Si-O-polyme thường có trọng lượng phân tử trung bình khối từ 500 đến 50.000 Dalton hoặc từ 1000

đến 30.000 Dalton hoặc từ 1.500 đến 20.000 Dalton, được đo bằng GPC, trong đó sử dụng polystyren làm chuẩn.

Trong một số phương án, polyme có nhóm chức silan là polyme polyeste có nhóm chức epoxy-silan.

(Co)polyme polyolefin

(Co)polyme polyolefin có các nhóm axit cacboxylic và/hoặc cacboxylic axit anhydrit. Nhóm axit cacboxylic và/hoặc anhydrit của (co)polyme polyolefin có thể là axit cacboxylic anhydrit chưa bão hòa, chẳng hạn như axit maleic, axit (met)acrylic, axit itaconic, axit succinic, hoặc các anhydrit của chúng, hoặc tổ hợp của chúng.

Thuật ngữ “(co)polyme polyolefin” bao gồm polyme etylen đồng nhất như polyetylen tỉ trọng thấp, polyetylen tỉ trọng cao và polypropylen, copolyme olefin như copolyme của etylen và propylen, etylen và alken cao hơn, như polyetylen mạch thẳng tỉ trọng thấp, và hỗn hợp của các polyme đồng nhất hoặc copolyme đó. Tỉ lệ giữa propylen và etylen trong (co)polyme polyolefin có thể từ 98 đến 2, từ 95 đến 5, từ 90 đến 10, từ 80 đến 20, từ 70 đến 30, hoặc cao hơn.

Các nhóm axit cacboxylic và/hoặc axit cacboxylic anhydrit có thể được đưa vào (co)polyme polyolefin bằng cách đồng trùng hợp các monome polyolefin với axit cacboxylic hoặc axit cacboxylic anhydrit, hoặc bằng cách biến tính (co)polyme polyolefin sau đó với nhóm tương ứng (tức là cấy ghép).

Trong cả hai trường hợp, ví dụ thích hợp của polyolefin bao gồm copolyme của etylen, propylen và/hoặc butylen. Ví dụ về axit cacboxylic trong cả hai trường hợp bao gồm axit (met)acrylic, axit maleic, axit itaconic, axit succinic, hoặc tổ hợp của chúng, ví dụ như axit (met)acrylic.

Ví dụ cụ thể bao gồm copolyme của (poly)propylen và maleic anhydrit, copolyme của propylen, etylen và maleic anhydrit, copolyme của hợp chất polybutylen, copolyme của hợp chất polyolefin có nhóm chức axit, copolyme của axit (met)acrylic và etylen và/hoặc propylen, hoặc tổ hợp của chúng.

Trong một số phương án, (co)polyme polyolefin có trọng lượng phân tử trung bình khối từ 30.000 đến 200.000 Dalton, 40.000 đến 150.000 Dalton, 45.000 đến 130.000 Dalton, hoặc 45.000 đến 100.000 Dalton, được đo bằng GPC. Khi phân tử

lượng của (co)polyme polyolefin dưới 30.000 Dalton, (co)polyme polyolefin có thể có cơ tính thấp và tạo thành niêm bít kín yếu sau khi lớp phủ được đóng rắn. Khi trọng lượng phân tử của (co)polyme polyolefin trên 200.000, (co)polyme polyolefin có thể có độ nhớt nóng chảy cao và khó gia công, thậm chí trong điều kiện độ trượt rất cao trong máy ép đùn.

Nhóm axit cacboxylic và/hoặc nhóm axit anhydrit có thể tạo cho (co)polyme polyolefin có chỉ số axit từ 2 đến 50 mg KOH/g, từ 2 đến 30 mg KOH/g, hoặc từ 2 đến 20 mg KOH/g. Khi chỉ số axit dưới 2 mg KOH/g, kích thước hạt của (co)polyme polyolefin có thể quá thô, tạo thành thể phân tán không bền với cặn không dễ phân tán lại. Ngoài ra, độ bám dính của chế phẩm phủ vào nền có thể kém.

(Co)polyme polyolefin có thể có nhóm chức bằng cách ghép hợp chất chứa axit cacboxylic chưa bão hòa, ví dụ như maleic anhydrit. Mức độ ghép có thể từ 0,1 đến 20%, 0,2 đến 10%, 0,3 đến 8%, hoặc 0,4 đến 5%, được tính là tỉ lệ khối lượng dựa trên khối lượng trước khi ghép.

Ưu tiên hơn, (co)polyme polyolefin có 1% khối lượng hoặc ít hơn là axit cacboxylic và/hoặc anhydrit (ví dụ như maleic anhydrit). Trong một số phương án, tỉ lệ axit cacboxylic và/hoặc anhydrit dưới 0,8% (co)polyme polyolefin, ứng với chỉ số axit từ 2 đến 8 mg KOH/g copolyme.

(Co)polyme polyolefin có thể hiện diện, ví dụ, với lượng từ 5 đến 50 % kl, từ 10 đến 40 % kl, hoặc từ 30 đến 40 % kl sản phẩm trộn nóng chảy.

Chế phẩm phủ

Thể phân tán gốc dung môi hữu cơ gồm mạng trộn nóng chảy như được mô tả ở đây còn có thể được dùng làm thành phần của chế phẩm phủ. Chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ như vậy có thêm polyme tạo màng, chất liên kết ngang và chất xúc tác axit.

Polyme tạo màng thích hợp có thể là những chất thường được dùng cho các ứng dụng tráng phủ thực phẩm và đồ uống. Đặc biệt ưu tiên là polyme polyester. Polyme tạo màng có thể có các nhóm chức như oxiran, hydroxyl, amino và isoxyanat. Polyme tạo màng có thể hiện diện, ví dụ, với lượng lên đến 70 % kl hoặc đến 40 % kl sản phẩm trộn nóng chảy.

Chất liên kết ngang trong một số phương án có thể bao gồm nhựa phenol, hợp chất benzoguanamin, phenol formaldehyt, cresol, hoặc tổ hợp của chúng. Trong một số phương án, chất liên kết ngang gồm nhựa phenol, như Phenodur PR521/60B, Bakelite PF 6535LB, hoặc tổ hợp của chúng. Trong một số phương án, chất liên kết ngang hiện diện với lượng từ 2 đến 35 % kl, 2 đến 25 % kl, hoặc 10 đến 20 % kl hỗn hợp sẽ được liên kết ngang. Chất liên kết ngang bổ sung có thể hiện diện và được chọn tùy theo nhóm chức trong hỗn hợp sẽ được liên kết ngang. Chất liên kết ngang bổ sung như vậy có thể gồm nhựa amino, nhựa melamin-formaldehyt, nhựa ure-formaldehyt, nhựa có nhóm chức axit, nhựa acrylic, nhựa anhydrit, isoxyanat bị chặn hoặc không bị chặn, polyphenol, polyamin, hoặc tổ hợp của chúng.

Chất xúc tác axit có thể gồm axit phosphoric hoặc axit sulfonic như axit dodecylbenzen sulfonic, cũng như các tổ hợp của chúng, như hỗn hợp trộn 80/20 của axit phosphoric trong butanol. Trong một số phương án, chất xúc tác axit gồm hoặc là axit phosphoric. Chất xúc tác axit có thể hiện diện, ví dụ, với lượng từ 0,3 đến 2 % kl, ưu tiên hơn là 0,7 đến 1,5 % kl chế phẩm phủ.

Kích thước hạt trung bình của hạt trong chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ ưu tiên hơn là từ 4 đến 6 μm .

Chế phẩm phủ có thể được điều chế bằng cách trộn thể phân tán gốc dung môi hữu cơ với polyme tạo màng, chất liên kết ngang và chất xúc tác axit. Quá trình trộn có thể được thực hiện trước hoặc sau khi làm nguội thể phân tán gốc dung môi hữu cơ.

Ứng dụng

Chế phẩm phủ theo sáng chế có thể được sử dụng để tạo thành lớp phủ bảo vệ cho nền. Chế phẩm phủ có thể được phủ lên nền và đốt nóng để liên kết ngang chế phẩm phủ. Ưu tiên hơn, nền là nền kim loại.

Theo đó, sáng chế đề xuất nền kim loại được phủ chế phẩm phủ theo sáng chế. Trong một số phương án, nền là vật chứa kim loại thích hợp để giữ thực phẩm hoặc đồ uống, ví dụ như, đầu dễ mở của vật chứa (bao bì) thực phẩm.

Một trong các khía cạnh ngoài dự kiến của sáng chế là chế phẩm phủ có thể là chế phẩm phủ duy nhất được phủ trực tiếp hoặc gián tiếp (tức là không có lớp phủ nền, lớp phủ bề mặt hoặc lớp phủ trung gian nào) lên nền kim loại, có nghĩa là không

có chế phẩm phủ khác được phủ hoặc đóng rắn trên nền để tạo thành nền được phủ hoàn tất.

Điều này đặc biệt có lợi khi chế phẩm phủ được dùng để tráng phủ đầu dễ mở của vật chứa thực phẩm, vì các hệ phủ thông thường đối với đầu dễ mở của vật chứa thực phẩm cần có lớp phủ nền để có độ bám dính và lớp phủ bề mặt để có độ dẻo, trong đó lớp phủ nền phải được phủ và đóng rắn trước khi phủ và đóng rắn lớp bề mặt.

So với các hệ tráng phủ thông thường đã biết cần phủ nhiều lớp, chế phẩm phủ theo sáng chế có thể được sử dụng như lớp phủ hoặc phân tán duy nhất để sản xuất vật chứa có tráng phủ, kết quả là thời gian phủ và đóng rắn ít hơn, chi phí và năng lượng ít hơn. Tất nhiên, các lớp phủ bổ sung có thể được tráng phủ nếu muốn.

Chế phẩm phủ theo sáng chế ưu tiên hơn là ít nhất hầu như không có, ưu tiên hơn là hoàn toàn không có, BPA di động (bisphenol A), BPF (bisphenol F), và glycidyl ete thơm (như BADGE (bisphenol A diglycidyl ete), BFDGE (bisphenol F diglycidyl ete) và NOGE (novolac glycidyl ete)). Người ta biết rằng chế phẩm phủ không nên có BPA, BPF và/hoặc glycidyl ete thơm khi đưa vào ứng dụng có tiếp xúc với thực phẩm và đồ uống.

Bản mô tả này nêu ra các khía cạnh khác nhau của sáng chế và cả các tổ hợp của các khía cạnh đó. Một số phương án cụ thể của sáng chế được mô tả dưới đây.

Trong một số phương án, sáng chế đề xuất thể phân tán gốc dung môi hữu cơ gồm mạng trộn nóng chảy của polyme có nhóm chức epoxy và/hoặc nhóm chức amino có liên kết polyme-O-Si-O-polyme và (co)polyme polyolefin có các nhóm axit cacboxylic và/hoặc anhydrit axit cacboxylic, trong đó thể phân tán gốc dung môi hữu cơ được điều chế bằng cách a) kéo dài mạch tiền polyme với hợp chất có nhóm chức silan để tạo thành polyme có nhóm chức silan, b) trộn nóng chảy polyme có nhóm chức silan với (co)polyme polyolefin không có dung môi hiện diện để tạo thành mạng trộn nóng chảy, c) trộn mạng trộn nóng chảy với dung môi hữu cơ để tạo ra thể phân tán gốc dung môi hữu cơ, và d) làm nguội thể phân tán gốc dung môi hữu cơ.

Trong một số phương án, sáng chế đề xuất thể phân tán gốc dung môi hữu cơ bao gồm mạng trộn nóng chảy của polyme có nhóm chức epoxy và/hoặc nhóm chức amino có liên kết polyme-O-Si-O-polyme và (co)polyme polyolefin có các nhóm axit

cacboxylic và/hoặc anhydrit axit cacboxylic, trong đó thể phân tán gốc dung môi hữu cơ được điều chế bằng cách a) trộn nóng chảy tiền polyme, hợp chất có nhóm chức silan và (co)polyme polyolefin không có dung môi hiện diện để tạo thành mạng trộn nóng chảy, b) trộn mạng trộn nóng chảy với dung môi hữu cơ để tạo ra thể phân tán gốc dung môi hữu cơ, và c) làm nguội thể phân tán gốc dung môi hữu cơ.

Trong một số phương án, sáng chế đề xuất chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ gồm polyme polyeste và mạng trộn nóng chảy của polyme có nhóm chức epoxy và/hoặc nhóm chức amino có liên kết polyme-O-Si-O-polyme và (co)polyme polyolefin có các nhóm axit cacboxylic và/hoặc anhydrit axit cacboxylic, trong đó chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ được điều chế bằng cách a) kéo dài mạch tiền polyme với hợp chất có nhóm chức silan để tạo thành polyme có nhóm chức silan, b) trộn nóng chảy polyme có nhóm chức silan với (co)polyme polyolefin không có dung môi hiện diện để tạo thành mạng trộn nóng chảy, c) trộn mạng trộn nóng chảy với dung môi hữu cơ để tạo ra thể phân tán, d) trộn thể phân tán với polyme polyeste, nhựa phenol và chất xúc tác axit hữu cơ để tạo thành chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ, và e) làm nguội chế phẩm.

Trong một số phương án, sáng chế đề xuất chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ gồm polyme polyeste và mạng trộn nóng chảy của polyme có nhóm chức epoxy và/hoặc nhóm chức amino có liên kết polyme-O-Si-O-polyme và (co)polyme polyolefin có các nhóm axit cacboxylic và/hoặc anhydrit axit cacboxylic, trong đó chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ được điều chế bằng cách a) trộn nóng chảy tiền polyme, hợp chất có nhóm chức silan và (co)polyme polyolefin không có dung môi hiện diện để tạo thành mạng trộn nóng chảy, b) trộn mạng trộn nóng chảy với dung môi hữu cơ để tạo ra thể phân tán, c) trộn thể phân tán với polyme polyeste, nhựa phenol và chất xúc tác axit hữu cơ để tạo thành chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ, và d) làm nguội chế phẩm.

Các ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được minh họa bằng cách ví dụ không có tính giới hạn sau đây. Trong phần mô tả và yêu cầu bảo hộ, tỉ lệ phần trăm và tỉ lệ là theo khối lượng, trừ khi được nêu rõ khác.

Ví dụ 1

Thể phân tán gốc dung môi hữu cơ được điều chế bằng cách sử dụng máy ép đùn trục vít kép Leistritz micro 18 GL 40D. Các thành phần sau đây được sử dụng.

Silan có nhóm chức epoxy là CoatoSil MP 200 của Momentive Performance Materials Incorporated. (Co)polyme polyolefin là copolyme polypropylen (PPMah) Fusabond M613-05, là copolyme polypropylen biến tính anhydrit maleic của E. I. du Pont de Nemours Company. Tiền polyme là các polyeste khác nhau như được mô tả dưới đây.

Polyeste 1 là Dynapol L651 – polyeste có chỉ số hydroxyl khoảng 5 mg KOH/g của Evonik Industries.

Polyeste 2 là polyeste được điều chế từ neopentyl glycol, axit tereptalic, axit isoptalic, axit adipic và trimelitic anhydrit với chỉ số axit là 40mgKOH/g, Tg nằm trong khoảng từ 62 đến 67°C và độ nhớt đo theo phương pháp nón và đĩa của ICI (ICI Cone & Plate) ở 200°C là 50-70 Poise.

Polyeste 3 là polyeste có nhóm chức hydroxyl của Helios Group và có Mn khoảng 4.000 Dalton và Mw khoảng 21.000 Dalton.

Polyeste 4 là polyeste có nhóm chức silan epoxy được điều chế bằng cách sử dụng quy trình như sau. 1.442 g Unoxol diol (1,3/1,4-CHDM), 664,5 g axit isoptalic, 664,5 g axit tereptalic và 0,7 g axit butylstanoic được đun nóng chậm đến 240°C trong bình thủy tinh 5 l có trang bị lớp nitor, cánh khuấy mái chèo và cột pha trộn (vật liệu đệm thủy tinh 6 inso trên cột cắt phân đoạn vigreux 12 inso). Nhiệt độ đầu cột (nhiệt độ cắt) được duy trì dưới 98°C. Nước chưng cất được thu lại (khoảng 300 ml). Khi nhiệt độ đầu cột hạ xuống dưới 70°C, dung môi chất mang được chuyển thành xylen với bể Dean Stark. Lượng xylen đủ được thêm vào để duy trì hoàn lưu ở 240°C và tiếp tục đến khi chỉ số axit dưới 1,0 mg KOH/g. Polyeste được làm nguội đến 140°C và 330,7 g glycidoxy propylđietoxymetylsilan (GPDEMS) được thêm vào, sau đó là 20 g tetra-isopropyl titanat (TIPT). Rượu etylic được thu lại ở nhiệt độ bình 140°C khi hoàn lưu với phần cắt đỉnh cột được nối trực tiếp với bình. Khi dòng hoàn lưu chậm lại, chân không được đưa vào, và độ nhớt (đo theo phương pháp) nón và đĩa được theo

đôi (150°C). Polyme este glycidoxo nóng chảy được rót vào khay có lót lá kim loại và được nghiền thành mảnh thích hợp để ép đùn. Tổng thời gian xử lý khoảng 15 giờ.

Sản phẩm trộn nóng chảy và điều chế thể phân tán

Copolymer polypropylen (PPMah) và polyester (có hoặc không có epoxy silan – polyester từ 1 đến 4) được trộn với nhau theo các tỉ lệ khác nhau như được trình bày trên Bảng 1. Các hỗn hợp này được nạp vào hòng nạp của máy ép đùn. Phần còn lại của nguyên liệu nạp vào và điều kiện gia công được nêu trong Bảng 1. Khi rời máy ép đùn, sản phẩm ép đùn nóng chảy được thu lại và làm nguội. Sản phẩm ép đùn dạng rắn được nghiền và chuyển thành thể phân tán bằng cách sử dụng phương pháp như sau: sản phẩm ép đùn (3 phần), hỗn hợp dung môi mono-propylen glycol metyl ete axetat và PMA theo tỉ lệ 1:1 và Solvesso 100 (27 phần), được cho vào bên trong bình thủy tinh có nắp. Bình được đặt trong bể siêu âm cách thủy ở 70°C và được xử lý siêu âm trong khoảng 30 phút. Sản phẩm được để nguội đến nhiệt độ phòng. Phần bên trong bình được lọc qua bộ lọc vải muslin và sản phẩm qua lọc được phân tích với thiết bị Malvern Mastersizer 2000 để xác lập kích thước hạt trung bình của thể phân tán polymer tạo thành.

Bảng 1 – Điều chế thể phân tán và dữ liệu kích thước hạt

Chế phẩm	Tỉ lệ các polyme và (tốc độ nạp)	Vận tốc vít ép (vòng/phút)	Nhiệt độ ép đùn (°C)	Nhiệt độ trộn nóng chảy (°C)	Nhiệt độ sản phẩm ra (°C)	Kích thước hạt trung bình (µm)
1. Trộn nóng chảy PPMah với polyester có nhóm chức silan được điều chế trước	PPMah / Polyester 4 : 30/70 (1,70kg/giờ)	200	210	190	170	5,9
2. Đối chứng 1 – Sản phẩm trộn nóng chảy của PPMah với polyester có nhóm	PPMah / Polyester 1 : 30/70	200	230	200	170	8,6

chức hydroxyl không có epoxy silan	(1,7 kg/giờ)					
2A. Như chế phẩm 2 nhưng có thêm vào epoxy silan	PPMah / Polyeste 1 /Epoxy Silan : 30/70/3 (1.7 kg/giờ)	200	230	200	170	6,4
3. Đối chứng 2 – Sản phẩm trộn nóng chảy của PPMah với polyeste có nhóm chức axit không có epoxy silan	PPMah / Polyeste 2 : 30/70 (1.50kg/giờ)	200	200	190	170	16,9
3A. Như chế phẩm 3 nhưng có epoxy silan	PPMah / Polyeste 2 / Epoxy Silan : 30/70/3 (1.50kg/giờ)	200	200	190	170	7,0
4. Sản phẩm trộn nóng chảy của PPMah với polyeste có nhóm chức hydroxyl và epoxy silan	PPMah / Polyeste / epoxy silan : 30/70/3 (1.50 kg/giờ)	200	200	190	170	6,0

Có thể thấy từ Bảng 1 là thể phân tán của chế phẩm đối chứng 2 và 3 có kích thước hạt trung bình cao hơn chế phẩm tương ứng 2A và 3A có epoxy silan (theo sáng chế). Yêu cầu đối với các thể phân tán là kích thước hạt trung bình thấp. Chế phẩm 3

cho ra kết quả là thể phân tán có kích thước hạt trung bình là 16,9 μm , không thể chấp nhận đối với ứng dụng dự tính.

Ví dụ 2

Chế phẩm phủ

Các đặc tính lý hóa của hệ phủ hai lớp thương mại của sản phẩm gốc epoxy Vitalure 325 và Vitalure 326 (cả hai của AkzoNobel) được so sánh với hệ phủ một lớp được điều chế theo sáng chế bao gồm polyme polyeste Dynapol L651 của Evonik. Dynapol L651 được ép đùn với Fusabond P613 của Dupont theo tỉ lệ 70:30. Sản phẩm ép đùn được phân tán trong hỗn hợp 50:50 của Solvesso 100 và (mono)propylen glycol methyl ete axetat (PMA) để tạo thành thể phân tán 30 % kl của Dynapol L651:Fusabond P613. Nhựa phenol và chất xúc tác axit phosphoric được thêm vào thể phân tán. Chế phẩm phủ được phủ lên thép ETP dưới dạng chỉ một lớp và sấy khô ở 200 °C trong 8 phút ở nhiệt độ bề mặt kim loại (peak metal temperature, PMT). Kết quả được trình bày trên các Bảng dưới đây.

Bảng 2

	Vitalure 325+326	Theo sáng chế
Khối lượng màng khô	8 + 14 g/m ²	16 g/m ²
Hàm lượng khô	32.5% + 50.5%	> 35%
Độ nhớt, ISO6 25°C	60 giây + 72 giây	23 giây
Bám dính giữa các lớp phủ	Tốt	Không áp dụng, nhưng bám dính vào nền tốt
Vị	Không vị	Không vị

Độ nhớt được đo bằng cách sử dụng phương pháp đo ống chảy (flow cup) theo tiêu chuẩn ISO, trong đó sử dụng chén 6 mm ở 25 °C. Vị được đánh giá bởi nhóm chuyên gia kiểm nghiệm bằng cách dùng nước cất sau khi tiếp xúc với mẫu đã phủ trong thời gian định trước.

Bảng 3

	Vitalure 325 + 326	Theo sáng chế
WB // (mm)	102	100
WB $\perp$ (mm)	98	107
MEK DR	9	7-12

Bảng 3 trình bày kết quả thử nghiệm độ dẻo và khả năng chịu dung môi của lớp phủ. Độ dẻo được đánh giá bằng nêm uốn cong và bẻ cong nêm đo theo hướng song song (//) hoặc vuông góc ($\perp$) với thớ kim loại (metal grain).

Kiểm nghiệm uốn cong nêm được tiến hành để xác định độ dẻo của lớp phủ. Kiểm nghiệm này được thực hiện sau khi làm lão hóa các tấm trong 5 ngày ở nhiệt độ phòng. Chiều rộng tính theo mm của bề mặt không nứt được đo.

Kiểm nghiệm chịu dung môi được thực hiện bằng cách đếm số lần chà xát kép (tới và lui) cần thiết để tách lớp phủ đến tận kim loại. Việc chà xát được tiến hành với miếng bông len tẩm dung môi (metyl etyl xeton). Kết quả được báo cáo là số lần chà xát kép.

Bảng 3 cho thấy lớp phủ một lớp theo sáng chế có kết quả uốn cong nêm và số lần chà xát kép có thể so sánh với lớp phủ đối chứng hai lớp.

Bảng 4

	Vitalure 325 + 326			Theo sáng chế		
Hộp bất đối xứng	A1	A4	Sh	A1	A4	Sh
NaCl 3%	1	1/3	1	2	1	1
Axit axetic 3%	1	1	1	1	1	1
Axit xitric 3%	1	1/2	1	1	1	1
Axit lactic 2%	1	4	1	2	2	1

Bảng 4 trình bày kết quả kiểm nghiệm khả năng chịu hóa chất với hộp bất đối xứng được tráng phủ. Hộp được tráng phủ được nhúng vào các dung dịch nước với nồng độ xác định của các chất mô phỏng thực phẩm thông thường. Sự hư hỏng của lớp phủ được đánh giá tại các vị trí định trước. Góc 1 (A1), Góc 4 (A4) và Vai (Sh) của hộp bất đối xứng, sau 60 phút tiếp xúc. “1” có nghĩa là không hư hỏng, các số cao hơn chỉ bề mặt bị hư hỏng. 1/3 và 1/2 lần lượt chỉ ra rằng 1/3 và 1/2 bề mặt thể hiện hư hỏng.

Bảng 5

	Vitalure 325 + 326	Theo sáng chế
Trước (mA)	1,00	0,49
Sau NaCl 1% Sau (mA)	1,00	0,97

Bảng 5 thể hiện kết quả thử nghiệm tính chất xốp.

Phát hiện tính chất xốp và vết nứt siêu nhỏ ở đầu của lon được tráng phủ. Cường độ dòng điện đi qua tỉ lệ nghịch với khả năng cách ly của lớp phủ. Do đó, cường độ dòng điện thấp hơn cho thấy mức độ xốp thấp hơn. Các đầu của lon được đập ra ở nhiệt độ phòng (20 °C) từ tấm phẳng đã được làm lão hóa ở nhiệt độ phòng (20 °C) trong 5 ngày. Dung dịch NaCl 1 % được dùng làm dung dịch điện ly. Cường độ dòng điện (mA) được ghi lại trước và sau khi đưa lớp phủ vào dung dịch điện ly.

Kết quả cho thấy lớp phủ theo sáng chế có độ xốp có thể so sánh được hoặc thấp hơn lớp phủ đối chứng hai lớp.

Từ kết quả trên, có thể kết luận rằng thành tích tổng thể của lớp phủ một lớp theo sáng chế cũng tốt như lớp phủ hai lớp đối chứng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ bao gồm:

a) thể phân tán gốc dung môi hữu cơ gồm mạng trộn nóng chảy của polyme có nhóm chức epoxy và/hoặc nhóm chức amino có liên kết polyme-O-Si-O-polyme và (co)polyme polyolefin có các nhóm axit cacboxylic và/hoặc anhydrit axit cacboxylic, thể phân tán này có thể thu được bởi quy trình bao gồm các công đoạn

i) tạo thành mạng trộn nóng chảy từ tiền polyme, hợp chất có nhóm chức silan và (co)polyme polyolefin không có dung môi hiện diện,

ii) trộn mạng trộn nóng chảy với dung môi hữu cơ để tạo thành thể phân tán gốc dung môi hữu cơ, và

iii) làm nguội thể phân tán gốc dung môi hữu cơ,

b) polyme tạo màng,

c) chất liên kết ngang, và

d) chất xúc tác axit.

2. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó công đoạn a) được thực hiện bằng cách đồng thời trộn nóng chảy tiền polyme, (co)polyme polyolefin và hợp chất có nhóm chức silan để tạo thành mạng trộn nóng chảy.

3. Chế phẩm phủ theo điểm 1 hoặc 2, trong đó hợp chất có nhóm chức silan bao gồm hợp chất có nhóm chức epoxy-silan.

4. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó hợp chất silan có nhóm chức epoxy bao gồm hợp chất dietoxysilan.

5. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó hợp chất có nhóm chức silan bao gồm hợp chất có nhóm chức amino-silan.

6. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó tiền polyme là polyeste gồm diol mạch vòng với chức năng là khối tạo dựng cơ bản.

7. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó quá trình trộn nóng chảy được thực hiện ở nhiệt độ trong phạm vi từ 100 đến 250 °C trong máy ép đùn.

8. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chế phẩm phủ hầu như không chứa Bisphenol A, Bisphenol F, và glycidyl ete thơm.

9. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chất xúc tác axit bao gồm axit phosphoric.
10. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó kích thước hạt trung bình của hạt (co)polyme polyolefin trong chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ là từ 4 đến 6 μm được đo dưới dạng D_{90} bằng cách sử dụng phương pháp nhiễu xạ laser.
11. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó polyme tạo màng là polyeste.
12. Chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên, trong đó chất liên kết ngang là nhựa phenol.
13. Nền kim loại có phủ chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm trên.
14. Nền kim loại theo điểm 13, trong đó chế phẩm phủ gốc dung môi hữu cơ là chế phẩm phủ duy nhất được phủ trực tiếp hoặc gián tiếp lên nền kim loại và được đóng rắn để sản xuất nền kim loại có phủ.
15. Nền kim loại theo điểm 13 hoặc 14, trong đó nền kim loại là phần dễ mở của bao bì thực phẩm hoặc đồ uống.