



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

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

(11)



2-0003662

(51) **C09D 163/00; C09D 5/08**
2022.01

(13) **Y**

(21) 2-2023-00696

(22) 19/07/2021

(67) 1-2021-05110

(45) 25/09/2024 438

(43) 25/10/2021 403

(73) Viện Dầu khí Việt Nam (VN)

Số 167 Phố Trung Kính, Phường Yên Hòa, Quận Cầu Giấy, thành phố Hà Nội

(72) Phạm Thị Hương (VN); Nguyễn Thị Lê Hiền (VN); Lê Thị Hồng Giang (VN).

(54) **QUY TRÌNH SẢN XUẤT SƠN PHỦ GỐC EPOXY CHỐNG ĂN MÒN CHỨA
GRAPHEN BIẾN TÍNH VÀ SƠN PHỦ GỐC EPOXY CHỐNG ĂN MÒN THU
ĐƯỢC TỪ QUY TRÌNH NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính và sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn thu được từ quy trình này. Bằng cách phân tán graphen trong dung môi bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 với nồng độ từ 50 đến 150 ppm trong điều kiện siêu âm và phối trộn với nhựa epoxy sao cho lượng graphen biến tính có trong phần nhựa epoxy là 0,01% theo khối lượng trước khi phối trộn với chất đóng rắn amin hoặc polyamin cho thấy khả năng phân tán graphen trong sơn hiệu quả. Sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính cho thấy hiệu quả bảo vệ bề mặt phủ với khả năng chống ăn mòn và cải thiện độ bền cơ lý vượt trội.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế thuộc lĩnh vực hóa polyme ứng dụng và vật liệu nano, cụ thể là sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính và sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn thu được từ quy trình này. Sơn phủ gốc epoxy chứa graphen biến tính cho thấy có hiệu quả đối với độ bền cơ lý và có khả năng chống ăn mòn vượt trội.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong môi trường tự nhiên, các cấu kiện nền kim loại rất dễ bị phá hủy do các tác nhân ăn mòn gây nên. Để giảm thiểu ăn mòn cần áp dụng cùng lúc nhiều biện pháp bảo vệ, trong đó việc sử dụng sơn phủ bảo vệ là phương pháp phổ biến, dễ áp dụng và chi phí thấp nhất. Các lớp phủ hữu cơ phổ biến đang được sử dụng chủ yếu có tính năng tạo lớp hàng rào (màng) ngăn cản bề mặt vật liệu tiếp xúc với môi trường ăn mòn. Tuy nhiên lớp hàng rào này khó có thể ngăn hoàn toàn các tác nhân ăn mòn như sunfua, clorua, oxy, nước thấm qua. Nhằm cải thiện chất lượng lớp phủ, các chất độn vô cơ được nghiên cứu và đưa vào làm tăng hiệu quả chống ăn mòn và chống thấm.

Graphen là một lớp nguyên tử carbon hai chiều, được sắp xếp dưới dạng mạng tinh thể tổ ong. Graphen được cho là vật liệu có nhiều tính chất đặc biệt đó là vật liệu nhẹ nhất, mạnh nhất, mỏng nhất mà con người biết đến, cũng như là chất dẫn nhiệt và điện tốt nhất từng được phát hiện. Trong những năm gần đây, nhiều nghiên cứu sử dụng graphen như một phụ gia nhằm cải thiện cơ tính và khả năng chống ăn mòn cho một số hệ lớp phủ.

Nhiều tính chất cơ học của vật liệu polyme như độ bền cơ học, độ ổn định nhiệt và độ dẫn điện, đặc biệt khả năng kháng nước có thể được cải thiện đáng kể bằng cách kết hợp graphen và các dẫn xuất vào polyme. Đặc biệt, lớp phủ polyme có bổ sung graphen có đặc tính chống ma sát cao, độ che chắn hơn hẳn so với lớp phủ polyme thông thường.

Graphen là một vật liệu nano hai chiều của nguyên tử cacbon sp^2 và nó là một màng phẳng có dạng lai hóa obitan nguyên tử ở dạng lai hóa sp^2 trong mạng tổ ong lục

giác. Graphen và các vật liệu polyme composit của nó đã nhận được nhiều sự quan tâm của cộng đồng nghiên cứu và trở thành một lĩnh vực nghiên cứu nóng trong lĩnh vực khoa học vật liệu. Graphen có ưu điểm là tính linh động điện tử cao, ổn định nhiệt tốt, dẫn điện tuyệt vời và độ cứng cao, đã được sử dụng rộng rãi trong lĩnh vực sơn phủ và đã đạt được những kết quả ứng dụng vượt trội. Do graphen có diện tích bề mặt riêng lớn, kích thước nanomet và cấu trúc lớp, có hiệu quả cách nhiệt tốt và tạo ra "hiệu ứng mê cung", tức là một đường cong trong lớp phủ graphen, nên có thể trì hoãn sự xâm nhập của môi trường ăn mòn khi tiếp xúc với bề mặt của đế. Vì vậy graphen có thể được sử dụng để tăng cường khả năng chống ăn mòn của lớp phủ nhựa. Để cải thiện khả năng chống mài mòn của lớp phủ graphen đã được sử dụng làm vật liệu rào cản để biến đổi lớp phủ nhằm cải thiện độ mài mòn và chống ăn mòn.

Việc bổ sung lớp phủ graphene kỳ vọng sẽ tạo thành một cấu trúc mạng lưới dày đặc trong quá trình đóng rắn của màng sơn, giúp tăng cường đáng kể độ bám dính của màng sơn và bề mặt, cải thiện đáng kể độ cứng và khả năng chống mài mòn của lớp phủ, đồng thời có lợi để giải quyết vấn đề về độ cứng thấp của lớp phủ, trong khi graphen có thể bắt giữ các gốc tự do trong lớp phủ và kéo dài tuổi thọ của lớp phủ.

Tuy nhiên, thực tế khi sử dụng graphen trong việc phối trộn với polyme epoxy gặp phải một vướng mắc là graphen tinh khiết sử dụng trong lớp phủ khó phân tán và có xu hướng kết tụ trong nền polyme epoxy gây ra sự không đồng nhất và giảm tính chất cơ học và nhiệt của hỗn hợp graphen polyme. Các thử nghiệm với một số graphen trong hệ polymer epoxy cho thấy, việc phân tán graphene đòi hỏi sử dụng kỹ thuật phân tán bằng siêu âm đầu dò để graphen có thể phân tán đồng đều trong hệ dung môi, tuy nhiên, hệ dung môi graphen này lại không ổn định và rất dễ bị kết tụ, sa lắng sau một thời gian ngắn.

Do đó, vẫn cần có kỹ thuật nhằm phân tán graphen vào hệ sơn epoxy để có thể tạo ra sơn epoxy kết hợp với graphen cho phép tăng cường đặc tính cơ lý bề mặt sơn cũng như cải thiện được hiệu quả bảo vệ của sơn epoxy với các vật liệu cần bảo vệ trong môi trường khắc nghiệt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế nhằm giải quyết các vấn đề nêu trên, cụ thể bằng cách phân tán graphen trong hệ dung môi trong điều kiện siêu âm cho thấy graphen gắn tốt với nhóm chức hữu

cơ trong nền epoxy do đó phân tán đồng đều trong epoxy để tạo ra lớp mạng graphen, khi phối trộn với chất đóng rắn, lớp mạng graphen này cho phép tăng cường đặc tính cơ lý và khả năng chống ăn mòn để bảo vệ bề mặt phủ. Do đó, sáng chế đề xuất quy trình sản xuất sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính và sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn thu được từ quy trình này.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

a) điều chế hỗn hợp graphen biến tính bằng cách hòa tan graphen được biến tính bề mặt bởi diazonium hóa trong hỗn hợp dung môi bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 với nồng độ từ 50 đến 150 ppm và siêu âm trong khoảng thời gian từ 10 đến 15 phút thu được hỗn hợp graphen biến tính được phân tán đều trong dung môi;

b) phối trộn nhựa epoxy với hỗn hợp graphen biến tính bằng cách phối trộn hỗn hợp graphen biến tính thu được ở trên với nhựa epoxy theo tỷ lệ graphen/nhựa epoxy là 0,01% khối lượng, sau đó khuấy trộn để phân tán đều graphen biến tính với nhựa epoxy thu được hỗn hợp nhựa epoxy-graphen biến tính;

c) thu sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính bằng cách trộn đều hỗn hợp nhựa epoxy-graphen biến tính và bổ sung vào chất đóng rắn là amin hoặc polyamin theo tỷ lệ từ 1/1 đến 1/5 (thể tích/thể tích), sau khi khuấy trộn đều trong khoảng 10 phút thu được sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính.

Theo một phương án ưu tiên, trong đó trước khi bổ sung chất đóng rắn hỗn hợp sơn này còn được bổ sung dung môi pha loãng được chọn từ nhóm bao gồm axeton, xylen, toluen hoặc hỗn hợp bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 với lượng từ 1 đến 10% theo thể tích.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề cập đến sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn thu được từ quy trình theo sáng chế, trong đó sơn này bao gồm thành phần chất đóng rắn là amin hoặc polyamin và thành phần nhựa epoxy-graphen biến tính với tỷ lệ chất đóng rắn/nhựa epoxy-graphen biến tính là từ 1/1 đến 1/5 (theo thể tích), trong đó lượng graphen biến tính phân tán có trong phần nhựa epoxy là 0,01% theo khối lượng.

Theo một phương án ưu tiên, trong đó sơn này còn chứa dung môi pha loãng được chọn từ nhóm bao gồm axeton, xylen, toluen hoặc hỗn hợp bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 với lượng từ 1 đến 10% theo thể tích.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là ảnh chụp các mẫu graphen được phân tán trong dung môi bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1, trong đó (A) là các mẫu G1, G2 và G3 phân tán trong dung môi trong điều kiện bình thường, và (B) là các mẫu G1, G2 và G3 phân tán trong dung môi sau khi siêu âm.

Hình 2 là ảnh chụp qua kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM) của (A) mẫu sơn epoxy không có graphen (ĐC); (B) mẫu sơn epoxy M1; (C) mẫu sơn epoxy M2; và (D) mẫu sơn epoxy M3.

Hình 3 là ảnh chụp bề mặt của mẫu sơn phủ trong thử nghiệm chống ăn mòn trong thử nghiệm gia tốc với môi trường muối NaCl 5%, trong đó (1) là mẫu sơn epoxy không có graphen; và (2) là mẫu sơn epoxy được bổ sung graphen biến tính. (A) là ảnh chụp so sánh sau 1 ngày thử nghiệm gia tốc; (B) là ảnh chụp so sánh sau 3 ngày thử nghiệm gia tốc; (C) là ảnh chụp so sánh sau 5 ngày thử nghiệm gia tốc; (D) là ảnh chụp so sánh sau 7 ngày thử nghiệm gia tốc; và (E) là ảnh chụp so sánh sau 10 ngày thử nghiệm

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây sáng chế được mô tả chi tiết với các phương án và các ví dụ thực hiện cụ thể, tuy nhiên, các phương án và các ví dụ thực hiện cụ thể này chỉ nhằm làm rõ bản chất của sáng chế chứ không nhằm giới hạn phạm vi yêu cầu bảo hộ của sáng chế.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính, trong đó quy trình này bao gồm các bước: a) điều chế hỗn hợp graphen biến tính; b) phối trộn nhựa epoxy với hỗn hợp graphen biến tính; và c) thu sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính.

Theo sáng chế, graphen biến tính là sản phẩm graphen oxit được biến tính bề mặt thông qua phản ứng diazonium hóa, các sản phẩm graphen này đã được bán trên thị trường, ví dụ được cung cấp bởi VN-Graphene, Việt Nam.

Trong bước điều chế hỗn hợp graphen biến tính, tiến hành hòa tan graphen biến tính trong hỗn hợp dung môi bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 với nồng

độ từ 50 đến 150 ppm. Hỗn hợp dung môi bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 thuộc nhóm chất dung môi sơn. Sau khi hòa tan graphen biến tính, tiến hành siêu âm trong khoảng thời gian từ 10 đến 15 phút thu được hỗn hợp graphen biến tính được phân tán đều trong dung môi.

Các tác giả nhận thấy rằng, khi sử dụng siêu âm để phân tán graphen biến tính trong dung môi, hiệu quả phân tán vượt trội, ngay cả khi ngừng siêu âm, graphen biến tính không bị kết tủa hoặc kết tụ. Cần lưu ý rằng, nếu sử dụng graphen, hiệu quả phân tán graphen bằng siêu âm vẫn tốt, tuy nhiên hiệu quả phân tán không bằng việc sử dụng graphen biến tính. Điều này có thể là do trong điều kiện siêu âm, các nhóm chức hữu cơ của graphen biến tính tương tác với các nhóm chức của dung môi tạo nên liên kết tĩnh điện khiến khả năng phân tán của graphen biến tính hiệu quả hơn.

Trong bước phối trộn nhựa epoxy với hỗn hợp graphen biến tính, tiến hành phối trộn hỗn hợp graphen biến tính đã được phân tán trong dung môi ở trên với nhựa epoxy. Tỷ lệ phân tán tốt nhất là theo tỷ lệ graphen/nhựa epoxy là 0,01% khối lượng. Tiếp đó, tiến hành khuấy trộn để phân tán đều graphen biến tính với nhựa epoxy. Quá trình này nhằm thu được hỗn hợp nhựa epoxy-graphen biến tính phân tán đều.

Lượng graphen biến tính so với lượng epoxy được xác định tốt nhất là 0,01% theo khối lượng, nếu lượng epoxy thấp hơn 0,005%, màng sơn thu được mỏng và khả năng chịu lực của màng kém, ngược lại, nếu lượng graphen lớn hơn 0,015%, màng sơn thu được có xu hướng dày hơn, đồng thời độ bền cơ học cũng giảm xuống.

Trong bước thu sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính bằng cách trộn đều hỗn hợp nhựa epoxy-graphen biến tính và bổ sung vào chất đóng rắn. Cần hiểu rằng, với sơn epoxy hai thành phần, việc phối trộn epoxy với chất đóng rắn cho phép đóng rắn sơn sau khi sơn lên vật liệu, và do đó, khi chưa sử dụng, hai thành phần này phải được tách rời và có thể đóng thành những thùng hoặc chứa trong những khoang riêng biệt. Các chất đóng rắn epoxy thường sử dụng là amin hoặc polyamin. Lượng chất đóng rắn thường theo tỷ lệ từ 1/1 đến 1/5 (thể tích/thể tích). Tùy theo loại sơn epoxy nên được sử dụng mà lượng chất đóng rắn khác nhau, tốt nhất là sơn nền epoxy và chất đóng rắn được sử dụng theo khuyến cáo của nhà cung cấp sơn epoxy nền. Sau khi phối trộn sơn nền epoxy và chất đóng rắn, khuấy trộn đều trong khoảng 10 phút thu được sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính.

Theo một phương án ưu tiên, trong đó trước khi bổ sung chất đóng rắn hỗn hợp sơn này còn được bổ sung dung môi pha loãng được chọn từ nhóm bao gồm axeton, xylen, toluen hoặc hỗn hợp bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 với lượng từ 1 đến 10% theo thể tích.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề cập đến sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn thu được từ quy trình theo sáng chế, trong đó sơn này bao gồm thành phần chất đóng rắn là amin hoặc polyamin và thành phần nhựa epoxy-graphen biến tính với tỷ lệ chất đóng rắn/nhựa epoxy-graphen biến tính là từ 1/1 đến 1/5 (theo thể tích). Trong đó lượng graphene biến tính phân tán có trong phần nhựa epoxy là 0,01% theo khối lượng.

Theo một phương án ưu tiên, trong đó sơn này còn chứa dung môi pha loãng được chọn từ nhóm bao gồm axeton, xylen, toluen hoặc hỗn hợp bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 với lượng từ 1 đến 10% theo thể tích.

Sơn phủ epoxy chống ăn mòn chứa graphene biến tính theo sáng chế thích hợp để sơn phủ các cấu kiện cần bảo vệ như bề mặt thép, bê tông, công trình xây dựng trong điều kiện khắc nghiệt chịu mài mòn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1. Sản xuất sơn phủ epoxy chứa graphene biến tính

Để sản xuất sơn phủ epoxy chứa graphene biến tính, tiến hành thử nghiệm với 3 loại graphene khác nhau với sơn epoxy hai thành phần trên cơ sở Bis-phenol A và chất đóng rắn hợp chất Amin thương mại.

Các graphene được sử dụng để khảo sát đặc tính và khả năng cải thiện các đặc tính cơ lý và chống ăn mòn của lớp phủ bao gồm:

Graphen SHTP (của N-Therma (Hoa Kỳ), ký hiệu G1;

Graphen của Việt Nam (của VN-Graphene, VN), ký hiệu G2;

Graphen biến tính (của VN-Graphene, VN), ký hiệu G3.

Lần lượt hòa tan các mẫu graphene G1, G2 và G3 nêu trên trong hỗn hợp dung môi bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 (hỗn hợp dung môi Thinner) với nồng độ 100 ppm và siêu âm trong 15 phút để thu hỗn hợp graphene phân tán. Tiếp đó thành phần nhựa epoxy của sơn hai thành phần trên cơ sở Bis-phenol A được phối trộn với

hỗn hợp graphen biến tính theo tỷ lệ graphen/nhựa epoxy là 0,01% khối lượng. Sau đó khuấy trộn để phân tán đều graphen biến tính với nhựa epoxy thu được hỗn hợp nhựa epoxy-graphen biến tính.

Kết quả phân tán graphen trong dung môi trước và sau khi siêu âm được thể hiện trên Hình 1, trong đó (A) là các mẫu G1, G2 và G3 được phân tán trong dung môi trước khi siêu âm; và (B) là các mẫu G1, G2 và G3 được phân tán trong dung môi sau khi siêu âm 10 phút. Kết quả cho thấy khả năng phân tán trong dung môi trong điều kiện siêu âm cho thấy hiệu quả phân tán hiệu quả, các mẫu graphen được phân tán đều trong dung môi. Tuy nhiên, kết quả cũng cho thấy mẫu G3 có khả năng phân tán trong dung môi bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 hiệu quả, không có hiện tượng kết tụ hoặc kết tủa xảy ra sau khi dùng phân tán bằng siêu âm.

Tiếp theo, trộn đều hỗn hợp nhựa epoxy-graphen biến tính và bổ sung vào chất đóng rắn Amin theo tỷ lệ 1/3 (theo tỷ lệ khuyến cáo của nhà sản xuất. Tiến hành khuấy trộn đều trong 10 phút thu được sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính.

Các mẫu sơn phủ chứa graphen SHTP (của N-Therma (Hoa Kỳ), graphen của Việt Nam (của VN-Graphene, VN) và graphen biến tính (của VN-Graphene, VN) thu được ở trên được ký hiệu lần lượt là M1, M2 và M3.

Ví dụ 2. Khảo sát đặc tính bề mặt của màng sơn phủ epoxy

Các mẫu sơn M1, M2 và M3 thu được ở trên được sử dụng để đánh giá đặc tính cơ lý của màng sơn. Mẫu sơn được tạo ra trong cùng điều kiện nhưng không có graphen (ĐC) cũng được tiến hành thử nghiệm đồng thời để đối chứng.

Để khảo sát khả năng phân tán trong hệ phủ, các graphen sau khi được phân tán trong dung môi bằng siêu âm (các mẫu G1, G2, G3), được phối trộn với epoxy và sau đó bổ sung thêm chất đóng rắn (mẫu M1, M2 và M3) và nhỏ trên đế kính trong suốt có phủ màng mỏng ITO dẫn điện và được quan sát bởi kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM). Mẫu đối chứng (ĐC) không có mặt của epoxy.

Kết quả chụp ảnh TEM được thể hiện trên Hình 2, trong đó (A) mẫu sơn epoxy không có graphen (ĐC); (B) mẫu sơn epoxy M1; (C) mẫu sơn epoxy M2; và (D) mẫu sơn epoxy M3. Kết quả cho thấy mẫu M3 (Hình 2D) có khả năng phân tán tốt trong

dung môi và chất tạo màng epoxy, bề mặt đồng đều, không có khuyết tật, các mẫu M1 và M2 (Hình 2B và Hình 2C) cho thấy màng thu được có bề mặt không đồng đều, có sự kết tụ của graphene và phân tán không đều nên tạo ra khuyết tật bề mặt. Mẫu sơn epoxy không có graphene, mẫu ĐC (Hình 2A) cho thấy không có sự xuất hiện của graphene.

Do đó, có thể thấy rằng, khi sử dụng graphene biến tính, khả năng phân tán graphene trong epoxy tốt và cho thấy có bề mặt sơn đồng đều.

Ví dụ 3. Khảo sát đặc tính cơ lý của màng sơn phủ epoxy chứa graphene

Để kiểm tra độ bền cơ lý với các nồng độ graphene biến tính khác nhau trong epoxy, tiến hành tạo ra các mẫu sơn với chứa graphene biến tính (G3) với nồng độ 50ppm, 100ppm và 150 ppm graphene biến tính. mẫu ĐC không chứa graphene.

Các mẫu sơn epoxy chứa graphene biến tính và mẫu đối chứng được tiến hành thử nghiệm độ bền va đập của màng sơn. Thử nghiệm được tiến hành với sự tác động cơ học lên một diện tích của màng sơn để đánh giá chất lượng sơn dựa trên khả năng chịu tác động của lực trên một diện tích tiếp xúc khác nhau. Tại đó, mẫu sơn hoặc vật liệu phủ có thể bị thay đổi hình dạng và các thành phần bề mặt bị biến dạng hay phục hồi hoặc phá vỡ, qua đó có thể xác định được khả năng chịu được các tác động ngoại lực. Kết quả thử nghiệm được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1: Kết quả thử nghiệm độ bền va đập lớp phủ epoxy không chứa và chứa graphene biến tính với nồng độ khác nhau.

STT	Tên Mẫu	Ký hiệu	Chiều dày màng sơn (μm)	Độ bền va đập (kg/cm^2)
1	ĐC	M234	$32 \pm 2,5$	60
2	Epoxy + 50ppm G3	M257	31 ± 2	140
3	Epoxy + 100ppm G3	M212	$32 \pm 1,5$	160
4	Epoxy + 150ppm G3	M267	36 ± 2	150

Kết quả trên Bảng 1 cho thấy lớp sơn thu được khi có mặt của graphene biến tính đã làm tăng đáng kể độ bền va đập so với mẫu không chứa graphene. Nồng độ graphene trong lớp phủ tăng từ 50 ppm đến 150ppm cho thấy độ bền va đập vượt trội so với mẫu không chứa graphene. Nồng độ graphene trong epoxy hiệu quả từ 50 đến 150 ppm và tốt nhất là 100ppm (tương ứng 0,01% khối lượng) cho hiệu quả bền va đập lên tới 160

kg/cm². Khi lượng graphen biến tính lớn hơn 150ppm khiến chiều dày màng sơn lớn hơn, đồng thời độ bền và đập giảm đi.

Ví dụ 3. Thử nghiệm khả năng chống ăn mòn của sơn epoxy chứa graphen biến tính

Để đánh giá khả năng bảo vệ chống ăn mòn của sơn epoxy chứa graphen biến tính, tiến hành phủ sơn chứa graphen biến tính (mẫu M3) và mẫu không chứa graphen (mẫu ĐC) lên bề mặt kim loại. Các mẫu kim loại được phủ này được tiến hành ngâm trong môi trường nước muối NaCl 3%, các thông số về điện trở và điện dung được đánh giá. Thời gian thử nghiệm trong 12 tuần. Kết quả thể hiện trong bảng 2.

Bảng 2. Kết quả thử nghiệm khả năng bảo vệ chống ăn mòn của sơn epoxy

Thời gian thử nghiệm	ĐC		M3	
	R _m (KΩ.cm)	C _m (F/cm)	R _m (Ω.cm)	C _m (F/cm)
1 ngày	∞	9,5E-10	∞	9,05E-10
1 tuần	∞	1,7E-09	∞	1,70E-09
2 tuần	∞	1,5E-09	∞	1,59E-09
5 tuần	∞	1,43E-09	∞	1,27E-09
9 tuần	32	1.72E-08	48	1,43E-08
11 tuần	18	1,48E-08	19	1,65E-08
12 tuần	2	1,0E-08	4	1,13E-08

Kết quả trên Bảng 2 cho thấy, với mẫu M3, sự có mặt của graphen biến tính trong epoxy có khả năng làm tăng điện trở của màng sơn và giảm sự suy giảm của điện dung theo thời gian so với mẫu ĐC không chứa graphen.

Thử nghiệm đánh giá ăn mòn bằng phương pháp gia tốc

Để đánh giá khả năng bảo vệ chống ăn mòn của lớp phủ epoxy có và không chứa graphen (mẫu M3 và ĐC), các mẫu này được sơn phủ và tiến hành thử nghiệm gia tốc trong tủ phun mù muối với dung dịch NaCl 5% trong tủ thử nghiệm mù muối gia tốc.

Kết quả thử nghiệm được thể hiện trên Hình 3. Trong đó Hình 3 thể hiện ảnh chụp bề mặt của mẫu sơn phủ trong thử nghiệm chống ăn mòn trong thử nghiệm gia tốc với môi trường muối NaCl 5%. Trong đó (1) là mẫu sơn epoxy không có graphen (mẫu ĐC), và (2) là mẫu sơn epoxy được bổ sung graphen biến tính (mẫu M3). Hình 3A là ảnh chụp so sánh sau 1 ngày thử nghiệm gia tốc. Hình 3B là ảnh chụp so sánh sau 3 ngày

thử nghiệm gia tốc. Hình 3C là ảnh chụp so sánh sau 5 ngày thử nghiệm gia tốc. hình 3D là ảnh chụp so sánh sau 7 ngày thử nghiệm gia tốc. Hình 3E là ảnh chụp so sánh sau 10 ngày thử nghiệm gia tốc.

Kết quả thử nghiệm cho thấy, đối với mẫu (1) không có graphen (ĐC), quá trình ăn mòn diễn ra tương đối nghiêm trọng với mức độ ăn mòn tăng dần theo thời gian. Tại vị trí khuyết tật, độ rộng và độ sâu của khuyết tật tăng dần và mức độ rỉ sắt và sản phẩm ăn mòn xuất hiện ngày càng nhiều theo thời gian. Ngược lại, mẫu (2) chứa graphen biến tính (M3), mức độ ăn mòn giảm đáng kể, độ rộng và sâu của khuyết tật tăng gần như không đáng kể sau 10 tuần thử nghiệm mù muối.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Quy trình sản xuất sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính theo sáng chế cho phép phân tán graphen biến tính hiệu quả trong nền sơn epoxy hai thành phần. Việc phân tán đơn giản, hiệu quả và có khả năng ứng dụng rộng rãi, cho phép phối chế một lượng graphen biến tính đồng nhất trong sơn phủ epoxy.

Bằng cách bổ sung một lượng graphen biến tính phân tán với nồng độ trong dung môi bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 với nồng độ từ 50 đến 150 ppm trong điều kiện siêu âm và phối trộn với nhựa epoxy sao cho lượng graphen biến tính có trong phần nhựa epoxy là 0,01% theo khối lượng trước khi phối trộn với chất đóng rắn amin hoặc polyamin cho thấy khả năng phân tán graphen trong sơn hiệu quả. Sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính cho thấy hiệu quả bảo vệ bề mặt phủ với khả năng chống ăn mòn và cải thiện độ bền cơ lý vượt trội. Sơn phủ epoxy theo sáng chế cho phép áp dụng sơn epoxy vào việc bảo vệ các vật liệu trong các môi trường khắc nghiệt.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

a) điều chế hỗn hợp graphen biến tính bằng cách hòa tan graphen được biến tính bề mặt bởi diazonium hóa trong hỗn hợp dung môi bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 với nồng độ từ 50 đến 150 ppm và siêu âm trong khoảng thời gian từ 10 đến 15 phút thu được hỗn hợp graphen biến tính được phân tán đều trong dung môi;

b) phối trộn nhựa epoxy với hỗn hợp graphen biến tính bằng cách phối trộn hỗn hợp graphen biến tính thu được ở trên với nhựa epoxy theo tỷ lệ graphen/nhựa epoxy là 0,01% khối lượng, sau đó khuấy trộn để phân tán đều graphen biến tính với nhựa epoxy thu được hỗn hợp nhựa epoxy-graphen biến tính;

c) thu sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính bằng cách trộn đều hỗn hợp nhựa epoxy-graphen biến tính và bổ sung vào chất đóng rắn là amin hoặc polyamin theo tỷ lệ từ 1/1 đến 1/5 (thể tích/thể tích), sau khi khuấy trộn đều trong khoảng 10 phút thu được sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn chứa graphen biến tính.

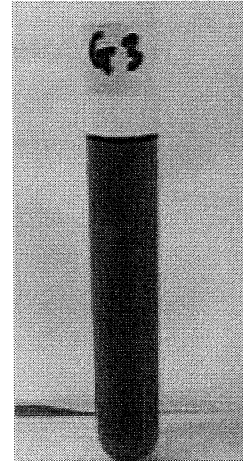
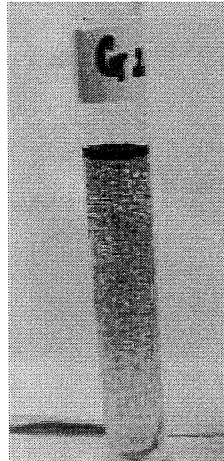
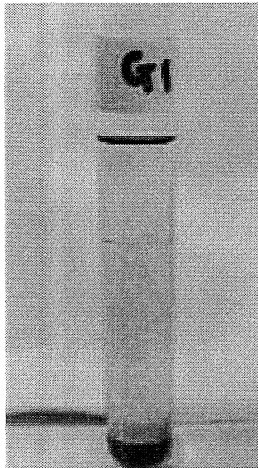
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó trước khi bổ sung chất đóng rắn hỗn hợp sơn này còn được bổ sung dung môi pha loãng được chọn từ nhóm bao gồm axeton, xylen, toluen hoặc hỗn hợp bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 với lượng từ 1 đến 10% theo thể tích.

3. Sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn thu được từ quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó sơn này bao gồm thành phần chất đóng rắn là amin hoặc polyamin và thành phần nhựa epoxy-graphen biến tính với tỷ lệ chất đóng rắn/nhựa epoxy-graphen biến tính là từ 1/1 đến 1/5 (theo thể tích), trong đó lượng graphen biến tính phân tán có trong phần nhựa epoxy là 0,01% theo khối lượng.

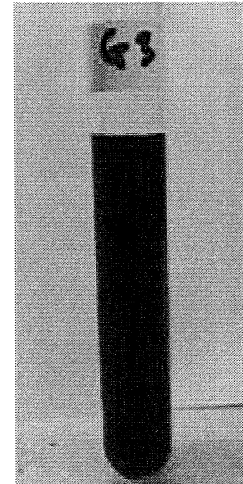
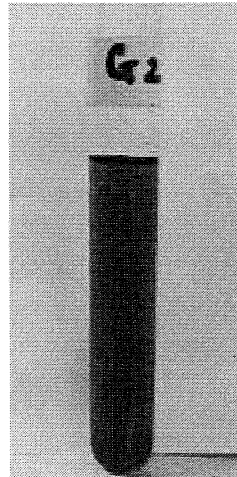
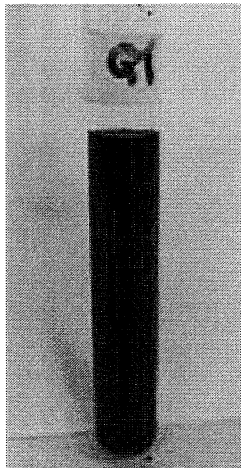
4. Sơn phủ gốc epoxy chống ăn mòn theo điểm 3, trong đó sơn này còn chứa dung môi pha loãng được chọn từ nhóm bao gồm axeton, xylen, toluen hoặc hỗn hợp bao gồm xylen, etybenzen, naphta và butanol-1 với lượng từ 1 đến 10% theo thể tích.

HÌNH 1

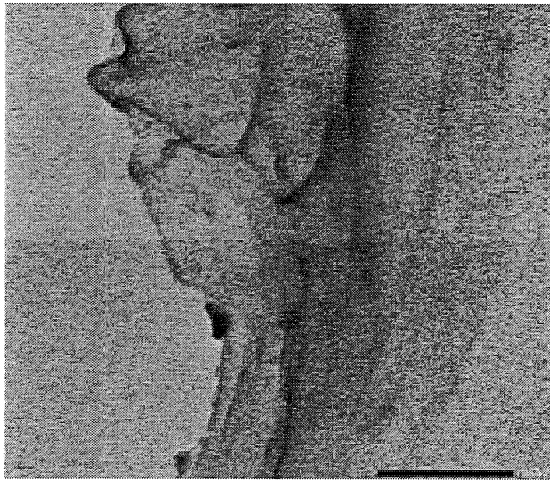
(A)



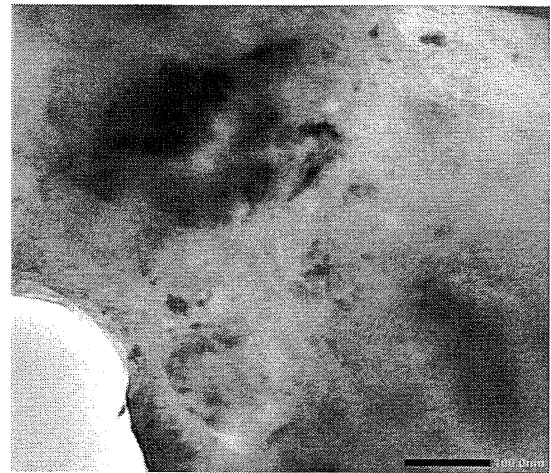
(B)



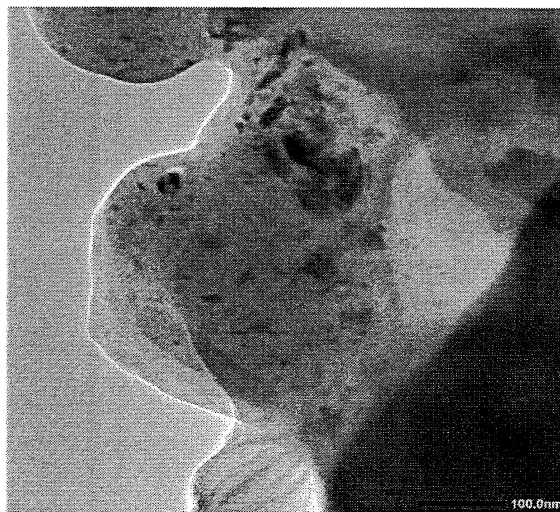
HÌNH 2



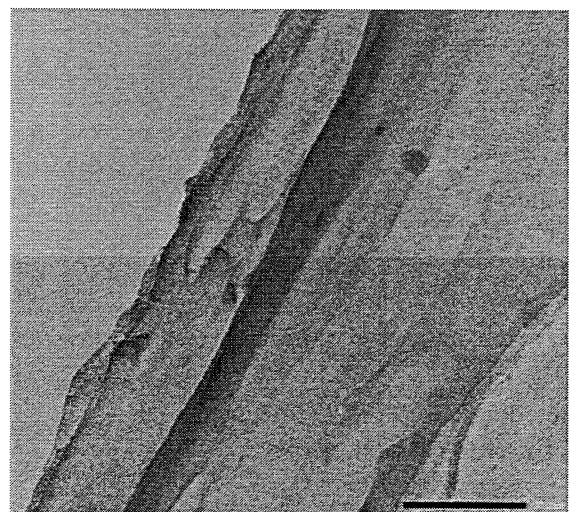
(A)



(B)



(C)



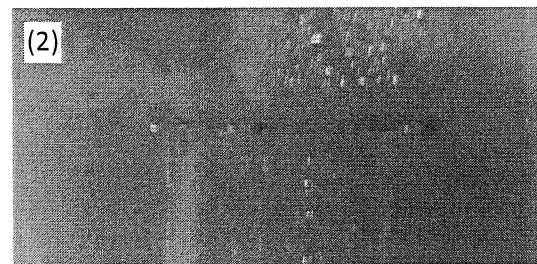
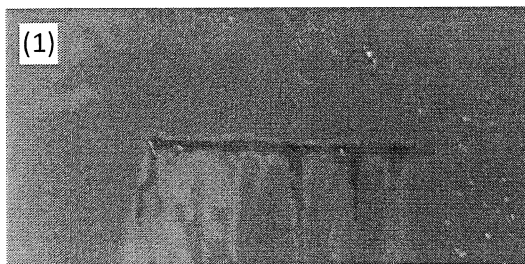
(D)

HÌNH 3

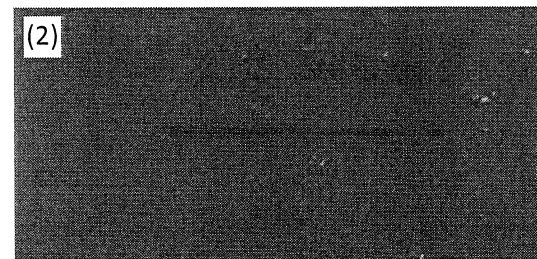
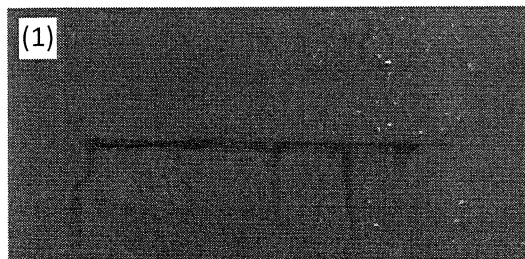
(A)



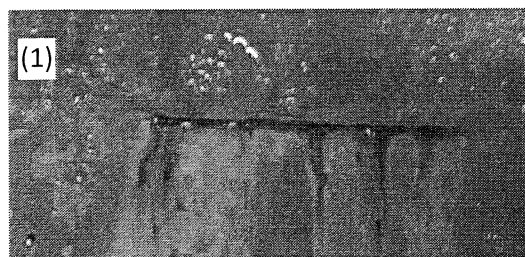
(B)



(C)



(D)



(E)

