



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

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

(11)



1-0043174

(51)^{2021.01} C08K 3/30; C08K 5/00; C08K 5/098; (13) B
C08K 5/42; C09F 9/00; C09D 5/02;
C09D 7/40; C09D 7/61; C09D 7/63;
C08K 3/38; C09D 167/08

(21) 1-2022-04276

(22) 15/01/2021

(86) PCT/EP2021/050787 15/01/2021

(87) WO 2021/144410 A1 22/07/2021

(30) 20152434.5 17/01/2020 EP

(45) 25/02/2025 443

(43) 26/09/2022 414

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

Christian Neefestraat 2, 1077 WW Amsterdam, Netherlands

(72) FLAPPER, Jitte (NL); KLAASEN, Robert Paul (NL).

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

(54) CHẾ PHẨM PHỦ NƯỚC TRONG DẦU VÀ NỀN ĐƯỢC PHỦ CHẾ PHẨM NÀY

(21) 1-2022-04276

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm pha nước được nhũ hóa trong pha lỏng không nước, trong đó pha không nước bao gồm chất kết dính có thể tự oxy hóa và trong đó muối thứ nhất vô cơ và muối thứ hai hữu cơ được hòa tan trong pha nước, trong đó muối thứ nhất vô cơ có độ tan trong nước ít nhất là 100 g/l khi được xác định ở 20°C, và độ tan trong pha không nước dưới 1,0 g/l khi được xác định ở 20°C, và trong đó muối thứ hai là muối 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 cập đến nền được phủ lớp phủ được tạo thành từ chế phẩm phủ nước trong dầu này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm pha nước được nhũ hóa trong pha lỏng không nước, trong đó pha lỏng không nước bao gồm chất kết dính có thể tự oxy hóa, và liên quan đến nền được phủ với lớp phủ tạo thành từ chế phẩm phủ nước trong dầu này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhựa có thể tự oxy hóa được biết rõ trong ngành sơn phủ. Nhựa alkyt là ví dụ về nhựa có thể tự oxy hóa. Ví dụ khác về nhựa có thể oxy hóa là polyacrylat được biến tính với axit béo hoặc nhựa bao gồm các nhóm ete chưa bão hòa chẳng hạn như alyl ete, xyclopentenyl ete và vinyl dioxolan, và polyme hoặc copolyme của butadien.

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

Sơn alkyt thường tạo thành bề mặt cứng, bóng dễ làm sạch và chống xước, nước, và hóa chất. Chúng chủ yếu được dùng để sơn phủ đồ trang trí, tủ, đồ đạc và các khu vực có nhiều người, và phổ biến với thợ sơn chuyên nghiệp vì chúng bám dính tốt vào hầu như mọi bề mặt và “phẳng ra” che đi dấu cọ sơn và những bất bình thường nhỏ của bề mặt, và hóa rắn thành bề mặt nhẵn mà sơn latex không thể sánh kịp.

Sơn alkyt thường là gốc dung môi. Sơn alkyt gốc dung môi như vậy thường bao gồm dung môi hữu cơ trong đó hoà tan nhựa alkyt. Sơn gốc dung môi như vậy thường có hàm lượng cao của hợp chất hữu cơ dễ hóa hơi (VOC). Ngày nay, nước thường được thêm vào sơn alkyt gốc dung môi để giảm hàm lượng VOC. Sơn như vậy thường được gọi là sơn alkyt có thêm nước, sơn alkyt/thêm nước, hoặc sơn nước trong dầu. Sơn alkyt/có thêm nước chứa 10-15% là nước trong công thức dạng lỏng. Cũng có sơn alkyt nước trong dầu có hàm lượng nước cao hơn.

Thời gian để sơn alkyt khô phụ thuộc nồng độ và loại dầu hoặc axit béo chưa bão hòa được sử dụng để điều chế nhựa. Quá trình oxy hóa và liên kết ngang của thành phần axit béo chưa bão hòa có thể diễn ra mà không cần trợ giúp, nhưng thời gian khô thường là dài đến mức không thể chấp nhận được đối với nhiều mục đích thực tiễn. Các phản ứng được gia tốc mạnh bởi sự hiện diện của chất xúc tác làm khô gốc kim loại, thường gọi là "chất làm khô" hoặc "chất hóa khô". Trong khi lớp phủ alkyt có thể mất hàng tháng để khô nếu không có mặt chất xúc tác làm khô, quá trình khô với sự có mặt của chất xúc tác như vậy có thể hoàn thành trong thời gian ngắn hơn nhiều.

Chất làm khô đã được biết rõ bao gồm muối chứa coban (Co), xeri (Ce), sắt (Fe), mangan (Mn) và vanadi (V) là cation; và halogenua, nitrat, sulfat, và carboxylat như axetat, etylhexanoat, octanoat, neodecanoat, và naphtenat, hoặc axetoaxetonat, là anion. Hoạt tính xúc tác của kim loại đa hóa trị trong quá trình phân hủy của (hydro)peroxit phụ thuộc sự chuyển vị lặp đi lặp lại của ion kim loại từ trạng thái oxy hóa thấp hơn lên cao hơn và trở về, dẫn đến quá trình khử và oxy hóa hydroperoxit để làm xúc tác và gia tốc quá trình oxy hóa của thành phần dầu chưa bão hòa của chế phẩm. Vì mục đích đó, các kim loại chuyển tiếp thường được dùng trong chất làm khô như vậy, vì kim loại chuyển tiếp có khả năng chuyển từ trạng thái hóa trị thấp hơn lên trạng thái giá trị cao hơn trong phản ứng oxy hóa khử với peroxit axit béo có mặt trong alkyt.

Ba loại chất làm khô khác nhau đã được xác định (WO2012079624; Soucek et al Prog. Org Chem. 73, (2012) pp 435-454). Chất làm khô chính, còn gọi là chất làm khô trên, chất làm khô bề mặt, hoặc chất làm khô oxy hóa, thúc đẩy quá trình hóa rắn từ trên xuống dưới của nhựa alkyt lỏng. Kiểu hoạt động của chất làm khô chính trong

quá trình đóng rắn oxy hóa là khử hoạt tính của các chất chống oxy hóa tồn tại tự nhiên, hấp thu khí oxy, tạo thành peroxit và phân hủy peroxit. Chất làm khô chính khác biệt ở chỗ có ít nhất hai trạng thái hóa trị có thể đạt đến, cho phép phân hủy hydroperoxit có xúc tác và tái tạo dạng hoạt động. Ví dụ về chất làm khô chính là muối của coban (Co), xeri (Ce), sắt (Fe), mangan (Mn) và vanadi (V). Để tăng quá trình khô xuyên suốt đồng nhất của màng phủ, chất làm khô chính thường xuyên được sử dụng kết hợp với chất làm khô phụ và phối hợp.

Chất làm khô phối hợp, còn được gọi là chất làm khô xuyên qua, thúc đẩy quá trình tạo màng bằng tương tác với các nhóm carboxyl và hydroxyl trong chất kết dính polyme. Như vậy, chất làm khô phối hợp có thể bắc cầu nối hai hoặc nhiều mạch polyme. Các nhóm carboxyl và hydroxyl này có thể có mặt từ đầu trong phân tử chất kết dính hoặc có thể được tạo thành trong quá trình oxy hóa. Ví dụ về chất làm khô phối hợp là chất làm khô kim loại trên cơ sở ziriconi (Zr), stronti (Sr), nhôm (Al), bismut (Bi), lantan (La), neodimi (Nd), chì (Pb), và bari (Ba).

Chất làm khô phụ, còn được gọi là chất làm khô hỗ trợ, là chất làm khô kim loại tồn tại chỉ trong trạng thái oxy hóa và tự chúng không có tác dụng xúc tác. Chất làm khô phụ ảnh hưởng đến tốc độ khô bằng cách tương tác với chất làm khô chính. Chất làm khô phụ bao gồm xà phòng kim loại canxi (Ca), kẽm (Zn), kali (K) và lithi (Li).

Để cải thiện hình thức 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 carboxylat nhờ khả năng làm khô tốt của chúng ở nhiệt độ thường và các tính chất màu sắc. Chất làm khô chính gốc kim loại không phải coban, cụ thể là chất làm khô chính chứa các phức chất của sắt hoặc mangan và phối tử cho nito, cũng đã được biết đến.

Vấn đề với chế phẩm phủ alkyl nước trong dầu là ‘chậm khô khi bảo quản lâu’: 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 chỉ trong một tuần. Hiện tượng này đòi

khi được gọi là “mất tính ổn định của thời gian khô”. Người ta tin rằng hiện tượng này là do sự 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 chế phẩm gốc alkyt nước trong dầu. Chất làm khô được ổn định hóa bao gồm phức hệ bao thể của xyclodextrin và chất làm khô gốc kim loại. Tuy nhiên, nhược điểm của xyclodextrin là xyclodextrin có thể tạo thành phức hệ bao thể với nhiều hợp chất trong dung dịch có nước, chẳng hạn như chất diệt sinh vật và chất ức chế ăn mòn. Các phức hệ bao thể này có thể khiến các hợp chất này không hoạt động.

Vấn đề khác với chế phẩm phủ alkyt nước trong dầu là hình thức bề mặt của lớp phủ tạo thành. Thông thường, lớp phủ tạo thành từ chế phẩm phủ alkyt nước trong dầu kém hơn về độ bóng và thể hiện độ mờ phản chiếu, đặc biệt là khi được phủ lên bề mặt sau khi bảo quản chế phẩm phủ trong thời gian dài.

Các vấn đề về chậm khô sau khi bảo quản lâu và hình thức bề mặt của lớp phủ được tạo thành như mô tả trên đây đối với chế phẩm phủ alkyt nước trong dầu cũng xảy ra với chế phẩm phủ nước trong dầu trên cơ sở các nhựa có thể oxy hóa khác.

Có nhu cầu đối với chế phẩm phủ có thể tự oxy hóa, chẳng hạn như chế phẩm phủ gốc alkyt, được sản xuất dưới dạng chế phẩm nước trong dầu để có hàm lượng VOC thấp, ổn định và không chậm khô sau khi bảo quản lâu và có các tính chất phủ tốt như hình thức bề mặt, độ bóng và độ cứng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Đáng ngạc nhiên là đã phát hiện ra rằng nếu, trong chế phẩm phủ nước trong dầu với chất kết dính có thể tự oxy hóa, muối thứ nhất vô cơ khó tan trong pha chất kết dính không nước muối thứ hai hữu cơ của kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ được hòa tan trong pha nước, thu được chế phẩm phủ nước trong dầu ổn định, có các tính chất khô tốt và ổn định, và cho kết quả là lớp phủ có hình thức bề mặt tốt, kể cả sau khi bảo quản. 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 mà không mất các tính chất về khô và phủ.

Theo đó, sáng chế đề xuất, ở khía cạnh thứ nhất, chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm pha nước được nhũ hóa trong pha lỏng không nước, trong đó pha không nước bao gồm chất kết dính có thể tự oxy hóa và trong đó muối thứ nhất vô cơ và

muối thứ hai hữu cơ được hòa tan trong pha nước, trong đó muối thứ nhất vô cơ có độ tan trong nước ít nhất là 100 g/l khi được xác định ở 20 °C, và độ tan trong pha không nước dưới 1 g/l khi được xác định ở 20 °C, và trong đó muối thứ hai là muối 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 sản phẩm phủ có thể tự oxy hóa như sơn alkyt, chẳng hạn như độ bóng và độ cứng, trong khi vẫn giảm các vấn đề về quá trình khô kéo dài và hình thức bề mặt kém hơn sau khi bảo quản trong thời gian dài.

Ở khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất nên được phủ lớp phủ tạo thành từ chế phẩm phủ theo khía cạnh thứ nhất của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm phủ nước trong dầu theo sáng chế bao gồm pha nước được nhũ hóa trong pha lỏng không nước. Pha không nước bao gồm chất kết dính có thể tự oxy hóa. Trong pha nước, muối thứ nhất vô cơ và muối thứ hai hữu cơ của kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ được hòa tan.

Muối thứ nhất vô cơ có độ tan trong nước ít nhất là 100 g/l khi được xác định ở 20°C, tốt hơn là ít nhất là 300 g/l. Muối thứ nhất vô cơ có độ tan trong pha không nước dưới 1,0 g/l, tốt hơn là dưới 0,1 g/l, khi được xác định ở 20°C.

Độ tan trong nước được xác định ở 20°C trong nước khử khoáng.

Tốt hơn là, muối thứ nhất có anion vô cơ với hóa trị hai hoặc ba, tốt hơn là hóa trị hai. Anion vô cơ thích hợp có hóa trị ba là, ví dụ, borat và phosphat. Anion vô cơ thích hợp có hóa trị hai là, ví dụ sulfat, hydrogên borat, và hydrogên phosphat.

Trong phương án ưu tiên, muối thứ nhất vô cơ là muối sulfat. Muối sulfat tốt hơn là natri sulfat, kali sulfat, amoni sulfat, magie sulfat, hoặc nhôm sulfat. Magie sulfat và amoni sulfat được đặc biệt ưu tiên.

Pha nước tốt hơn là bao gồm muối thứ nhất vô cơ với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0% khối lượng, tốt hơn là từ 0,2 đến 3,0% khối lượng. Lượng muối thứ nhất vô cơ trong bản mô tả này là lượng muối thứ nhất vô cơ ở dạng khan, tức là nước dạng hydrat trong muối được thêm vào chế phẩm được bỏ qua.

Muối thứ hai được hòa tan trong pha nước là muối hữu cơ chẳng hạn như muối carboxylat, sulphonat, phosponat, hoặc phosphinat.

Kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ của muối thứ hai hữu cơ tốt hơn là lithi, natri, kali, xesi, magie, canxi, stronti, hoặc bari, tốt hơn nữa là lithi, natri, kali, xesi, hoặc magie. Kim loại được đặc biệt ưu tiên là natri.

Muối thứ hai hữu cơ được hòa tan trong pha nước. Muối thứ hai tốt hơn là có độ tan trong nước ít nhất là 100 g/l, tốt hơn là ít nhất là 500 g/l, khi được xác định ở 20 °C. Tốt hơn là, độ tan của muối thứ hai hữu cơ trong pha nước ít nhất là cao hơn 10 lần so với độ tan của nó trong pha không nước, tốt hơn là ít nhất là cao hơn 100 lần, tốt hơn nữa là ít nhất là cao hơn 500 lần, tốt hơn nữa là ít nhất là cao hơn 1.000 lần. Tốt hơn là, muối thứ hai hữu cơ có độ tan trong pha nước ít nhất là 100 g/l và độ tan của muối thứ hai hữu cơ trong pha nước ít nhất là cao hơn 10 lần so với độ tan của nó trong pha không nước. Độ tan của muối thứ hai hữu cơ trong pha không nước tốt hơn là dưới 100 g/l, tốt hơn là dưới 50 g/l, tốt hơn nữa 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 20 °C.

Muối thứ hai hữu cơ tốt hơn là muối carboxylat với anion carboxylat và cation kim loại kiềm hoặc kiềm thổ. Anion carboxylat có thể là anion mono- hoặc di-carboxylat, tốt hơn là anion mono-carboxylat. Anion carboxylat có thể là anion carboxylat béo hoặc thơm, tốt hơn là anion carboxylat béo. Anion carboxylat có thể có một hoặc nhiều nhóm chơ phân cực để tăng độ tan trong nước. Tốt hơn là, anion carboxylat là anion monocarboxylat bão hòa, mạch nhánh hoặc mạch thẳng.

Anion carboxylat có thể có từ 1 đến 16 nguyên tử cacbon, tốt hơn là 2 đến 10 nguyên tử cacbon, tốt hơn nữa là 2 đến 8 nguyên tử cacbon. Tốt hơn là, anion carboxylat được chọn từ nhóm bao gồm axetat, propionat, và 2-etyl-hexanoat. Người ta thừa nhận rằng số nguyên tử cacbon tối đa trong anion carboxylat dùng cho muối tan trong nước sẽ phụ thuộc vào cation kim loại và sự có mặt tùy chọn của các nhóm chơ phân cực. Nếu cation kim loại là natri, anion carboxylat có thể có đến 8 hoặc thậm chí 10 nguyên tử cacbon. Nếu cation kim loại là cation kim loại khác natri, anion carboxylat có thể có đến 4 nguyên tử cacbon, tốt hơn là 2 hoặc 3 nguyên tử cacbon.

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

Chế phẩm phủ tốt hơn là bao gồm ít nhất là 0,1% khối lượng là muối thứ hai hữu cơ trong pha nước, tính trên khối lượng pha nước, tốt hơn là ít nhất là 0,5% khối lượng, tốt hơn là ít nhất là 1,0% khối lượng. Giới hạn trên không quan trọng. Tốt hơn là, chế phẩm phủ bao gồm tối đa 10% khối lượng là muối thứ hai hữu cơ trong pha nước, tính trên khối lượng của pha nước, tốt hơn là tối đa là 5% khối lượng. Tính trên tổng khối lượng chế phẩm phủ, chế phẩm phủ tốt hơn là bao gồm ít nhất là 0,02% khối lượng là muối thứ hai hữu cơ, tốt hơn là ít nhất là 0,1% khối lượng, tốt hơn nữa là ít nhất là 0,2% khối lượng. Lượng muối thứ hai hữu cơ trong bản mô tả này có nghĩa là lượng muối thứ hai hữu cơ dưới dạng khan, tức là nước hydrat trong muối khi được thêm vào chế phẩm được bỏ qua.

Tốt hơn là, chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm dưới 0,1% khối lượng là xyclodextrin tính trên khối lượng của chất kết dính có thể tự oxy hóa, tốt hơn là dưới 0,05% khối lượng là xyclodextrin, tốt hơn là dưới 0,001% khối lượng là xyclodextrin. Lượng xyclodextrin trong bản mô tả này chỉ tổng lượng alpha, beta, và gamma xyclodextrin. Trong phương án đặc biệt ưu tiên, chế phẩm phủ không chứa xyclodextrin.

Chế phẩm phủ nước trong dầu có thể bao gồm lượng nước bất kỳ thích hợp. Tốt hơn là, chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm hơn 5,0% khối lượng là nước, tốt hơn là hơn 7,5% khối lượng, tốt hơn là hơn 10% khối lượng, tốt hơn là hơn 12,5% khối lượng. Chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm ít nhất là 15% khối lượng là nước được đặc biệt ưu tiên.

Lượng nước trong chế phẩm phủ nước trong dầu tốt hơn là không vượt quá 49% khối lượng của chế phẩm tổng vì với hàm lượng cao như vậy, nhũ tương có thể trở nên không bền hoặc nghịch đảo thành chế phẩm dầu trong nước. Theo đó, lượng nước trong chế phẩm phủ nước trong dầu tốt hơn là dưới 49% khối lượng, tốt hơn là lượng nước dưới 45% khối lượng, tốt hơn là dưới 40% khối lượng, tốt hơn nữa là dưới 30% khối lượng, tốt nhất 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. Ví dụ về chất làm khô chính là muối của coban, xeri, sắt, mangan, và/hoặc vanadi, phức chất kim loại – phối tử không chứa coban, hoặc chất làm khô coban polyme. Tốt hơn là, chế phẩm phủ không chứa coban và do đó không có chất làm khô chính chứa coban. Chế phẩm phủ có thể bao gồm thêm chất làm khô phối hợp và/hoặc chất làm khô phụ. Ngoài chất làm khô, chế phẩm phủ có thể tùy chọn bao gồm chất tạo phức tăng tốc quá trình khô, ví dụ, 2,2'-bipyridyl và 1,10-phenantrolin. Các chất tạo phức có thể được thêm vào với lượng từ 0 đến 3% khối lượng tốt hơn là từ 0,1 đến 1,5% khối lượng, tính trên khối lượng của nhựa tổng.

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

Nhựa alkyt bất kỳ thích hợp có thể được sử dụng. Nhựa alkyt như vậy đã được biết trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế. Nhựa alkyt có thể tự oxy hóa bất kỳ để dùng trong sáng chế, nói chung là sản phẩm phản ứng của quá trình este hóa rượu đa chức với axit đa chức (hoặc anhydrit của chúng) và axit béo chưa bão hòa (hoặc este với glyxerin của chúng), ví dụ như dẫn xuất từ dầu lanh, dầu trẩu, dầu thông cùng như các loại dầu khô hoặc nửa khô khác. Các tính chất này chủ yếu được xác định bởi bản chất và tỉ lệ giữa rượu và axit được sử dụng và mức độ ngưng tụ. Nhựa alkyt có thể có phân tử lượng, độ chứa dầu thích hợp bất kỳ, hoặc độ chưa bão hòa thích hợp bất kỳ của mạch axit béo của nó.

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

Nhựa có thể oxy hóa có thể có mặt trong chế phẩm phủ nước trong dầu với lượng bất kỳ thích hợp, tùy theo dự định sử dụng của lớp phủ. Tốt hơn là, pha không nước bao gồm trong khoảng từ 20% khối lượng đến 95% khối lượng là nhựa có thể oxy hóa tính trên tổng khối lượng của pha không nước, tốt hơn là từ 30 đến 90% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 35 đến 70% khối lượng.

Chất hoạt động bề mặt có thể được sử dụng để trợ giúp quá trình nhũ hóa nước trong pha 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 thông thường đã biết. Tốt hơn là, chế phẩm theo sáng chế bao gồm 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 thích hợp đối với chế phẩm phủ có chất kết dính có thể tự oxy hóa, chẳng hạn như alkyl, có thể được sử dụng. Ví dụ về chất phụ gia thích hợp bao gồm chất chống nhăn, chất ổn định hóa chống tia cực tím, chất trợ 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 cứng, sáp, và chất làm đặc. Tổng lượng chất phụ gia thường dưới 5% khối lượng, tính trên tổng khối lượng chế phẩm phủ, tốt 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 hóa chất lỏng có nước, tức là nước và/hoặc dung dịch nước của muối thứ nhất và/hoặc thứ hai trong nước, trong điều kiện trượt cao, trong chất lỏng không nước chứa chất kết dính có thể tự oxy hóa. Các phương pháp nhũ hóa thích hợp đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế. Phương pháp nhũ hóa thích hợp, ví dụ, được bộc lộ trong phần vật liệu và phương pháp của Aurenty et al., Langmuir, 1995 vol. 11, pp 4712-4718. Thiết bị thích hợp để nhũ hóa đã được biết trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế và bao gồm các thiết bị phân tán cao tốc (HSD) và thiết bị trộn trong dòng.

Chế phẩm phủ theo sáng chế, ví dụ, có thể được sử dụng làm chất kết dính, sơn lót, sơn bề mặt, lớp phủ độ bóng cao hoặc mờ, lớp phủ gỗ, sơn tương hoặc sơn sàn. Chế phẩm phủ có thể được sử dụng thích hợp để phủ nền bất kỳ thích hợp, chẳng hạn như gỗ, nền gốc gỗ (ví dụ như ván sợi, ván dăm), kim loại, nền khoáng (ví dụ như đá,

thạch cao, bê tông, công trình nề, xi măng), nền chất dẻo, nền gốc xơ sợi, nền gồm sứ như thủy tinh, nhựa đường, da, giấy.

Sáng chế còn liên quan đến nền được phủ lớp phủ được tạo thành 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 con lăn.

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

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phương pháp thử

Thời gian khô

Thời gian khô được xác định theo ASTM D5895-13 bằng cách sử dụng thiết bị 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 bằng tải 5 g, được đặt lên màng mới phủ và sau đó kéo theo đường thẳng qua suốt phần sơn đang khô theo chiều dọc của tấm. Giá trị được gọi là ‘thời gian khô cứng, tức là khi quá trình khô đã diễn ra đủ để màng sơn không 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 50°C trong 8 tuần. Thời gian khô được xác định ở nhiệt độ 10°C và độ ẩm tương đối 85% và ở 23°C và độ ẩm tương đối 50%. Quá trình khô ở 10°C được xác định bằng cách sơn phủ ở 23 °C. Ngay sau khi sơn, miếng kính được di chuyển vào phòng có nhiệt độ 10 °C.

Độ bóng

Chế phẩm phủ được phủ lên tấm kính (độ dày màng ướt 90 μm) và để cho khô ở 10°C và độ ẩm tương đối 85% hoặc 23°C và độ ẩm tương đối 50%. Độ bóng của lớp phủ đã khô được xác định ở 20° theo ISO 2813:2014 bằng cách sử dụng thiết bị đo Bóng – Mờ BYK.

Độ mờ phản chiếu

Chế phẩm phủ được phủ lên tấm kính (độ dày màng ướt 90 μm) và để cho khô ở 10°C và độ ẩm tương đối 85% hoặc 23°C và độ ẩm tương đối 50%. Độ mờ phản chiếu của lớp phủ khô được xác định theo ISO13803:2014 bằng cách sử dụng thiết bị đo Bóng – Mờ BYK.

Chế phẩm phủ nước trong dầu

Chất gốc A (đối chứng) – không muối

Chế phẩm nước trong dầu gốc A được điều chế bao gồm 15 phần khối lượng là nước được nhũ hóa trong pha không nước bao gồm 47 phần khối lượng là alkyt (Setal 270 SM-70 (Allnex); nhựa alkyt hàm lượng dầu cao khô trong không khí dạng thương phẩm trên cơ sở dầu đậu nành), 24 phần khối lượng là Tioxide TR 92 (titan dioxit, rutin, Huntsman Pigments), 0,1 phần khối lượng là Nuosperse 657 (chất trợ thấm ướt và phân tán, Elementis Specialties), 0,2 phần khối lượng là Bentone SD-1 (chất phụ gia lưu biến, Elementis Specialties), 0,4 phần khối lượng là Exkin 2 (metyl etyl ketoxim, Venator), 0,5 phần khối lượng là Nuodex Ca5 (canxi carboxylat, Venator), 1 phần khối lượng là Nuodex Zr18 (ziriconi carboxylat, Venator), và 12 phần khối lượng là Exxsol D40 (naphta nặng được xử lý hydro (dầu mỏ)).

Chất gốc B (đối chứng) – natri axetat trihydrat

Chế phẩm nước trong dầu gốc B được điều chế tương tự với chế phẩm gốc A, trừ việc 15 phần khối lượng là dung dịch nước với natri axetat trihydrat trong nước có nồng độ 1,6% khối lượng được nhũ hóa trong pha không nước thay cho nước.

Chất gốc C (đối chứng) – magie sulfat

Chế phẩm nước trong dầu gốc C được điều chế tương tự với chế phẩm gốc A, trừ việc 15 phần khối lượng là dung dịch nước với magie sulfat heptahydrat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) có nồng độ 2,0% khối lượng được nhũ hóa trong pha không nước thay cho nước.

Chất gốc D – magie sulfat và natri axetat trihydrat

Chế phẩm nước trong dầu gốc D được điều chế tương tự với chế phẩm gốc A, trừ việc 15 phần khối lượng là dung dịch nước của magie sulfat heptahydrat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) với nồng độ 2,0% và natri axetat trihydrat với nồng độ 1,6% khối lượng được nhũ hóa trong pha không nước thay cho nước.

Bảng 1 Chế phẩm nước trong dầu nền

Chất gốc	Muối	
A	không	đối chứng
B	natri axetat trihydrat	đối chứng
C	magie sulfat heptahydrat	đối chứng
D	magie sulfat heptahydrat + natri axetat trihydrat	theo sáng chế

Điều chế sơn có chất làm khô

Các loại sơn hoàn tất khác nhau được điều chế bằng cách thêm chất làm khô chính vào chế phẩm nước trong dầu gốc. Chất làm khô được sử dụng được liệt kê trong Bảng 2.

Bảng 2 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

Ví dụ 1: các tính chất về khô và phủ sau khi bảo quản ở 50°C

Sơn được điều chế bằng cách thêm 0,35 phần khối lượng Durham Nuodex Coban 10 Neo vào 103 phần khối lượng sơn gốc từ A đến D hoặc thêm 1 phần khối lượng Nuodex® DryCoat vào 103 phần khối lượng sơn gốc từ A đến D.

Thời gian khô, độ bóng ở 20°, và độ mờ phản xạ được xác định như được mô tả trên đây đối với sơn mới ('lúc đầu') và sơn đã được bảo quản trong 8 tuần ở 50°C ('8 tuần'). Tất cả các màng phủ khô thể hiện độ bóng cao (> 70 đơn vị độ bóng). Không có thay đổi đáng kể về độ bóng đối với sơn đã bảo quản 8 tuần. Kết quả về quá trình khô và độ mờ phản xạ được nêu lần lượt trong các Bảng 3 và 4.

Bảng 3 – Ảnh hưởng của muối thứ nhất và thứ hai đến quá trình khô sau khi bảo quản lâu (ở 50°C)

Sơn số	Chất gốc	Chất làm khô chính	Thời gian khô ở 10°C (giờ)		Thời gian khô ở 23°C (giờ)	
			lúc đầu	8 tuần	lúc đầu	8 tuần
1	A	DC	2,7	9,9	1,5	4,0
2	B	DC	2,9	6,5	2,1	2,1
3	C	DC	3,0	8,1	3,3	2,6
4	D	DC	3,3	5,1	2,8	1,7
5	A	Co	5	14,5	1,9	8,0
6	B	Co	6	9,3	1,8	4,6
7	C	Co	5	11,8	2,0	5,3
8	D	Co	6	7,2	1,7	3,4

Bảng 4 – Ảnh hưởng của muối thứ nhất và thứ hai đến độ mờ phản xạ (sau khi bảo quản ở 50 °C)

Sơn số	Chất gốc	Chất làm khô chính	Độ mờ phản xạ - khô ở 10°C (đơn vị độ mờ)		Độ mờ phản xạ - khô ở 23°C (đơn vị độ mờ)	
			lúc đầu	8 tuần	lúc đầu	8 tuần
1	A	DC	181	258	26	131
2	B	DC	60	39	37	174
3	C	DC	14	11	14	19
4	D	DC	12	7	26	31
5	A	Co	6	116	10	7
6	B	Co	9	34	24	12
7	C	Co	4	13	14	5
8	D	Co	7	7	16	5

Sơn từ 1 đến 3 và từ 5 đến 7 là các ví dụ so sánh. Sơn 4 và 8 là ví dụ theo sáng chế. Các ví dụ này cho thấy việc thêm natri axetat trihydrat vào pha nước của sơn alkyt nước trong dầu làm giảm thời gian khô của sơn đã được bảo quản lâu. Thêm magie sulfat heptahydrat dẫn đến kết quả là hình thức bề mặt tốt hơn (ít mờ phản xạ hơn) của sơn đã bảo quản lâu. Sự có mặt của cả muối thứ nhất vô cơ lẫn muối thứ hai hữu cơ dẫn đến kết quả là sơn ít bị chậm khô do bảo quản lâu và hình thức bề mặt được cải thiện của sơn đã bảo quản lâu.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm phủ nước trong dầu bao gồm pha nước được nhũ hóa trong pha lỏng không nước, trong đó pha lỏng không nước bao gồm chất kết dính có thể tự oxy hóa và trong đó muối thứ nhất vô cơ và muối thứ hai hữu cơ được hòa tan trong pha nước, trong đó muối thứ nhất vô cơ có độ tan trong nước ít nhất là 100 g/l khi được xác định ở 20°C, và tính tan trong pha lỏng không nước dưới 1,0 g/l khi được xác định ở 20°C, và trong đó muối thứ hai là 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 pha nước bao gồm muối thứ nhất vô cơ với lượng trong khoảng từ 0,1 đến 5,0% khối lượng, tốt hơn là từ 0,2 đến 3,0% khối lượng.
3. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm 1 hoặc 2, trong đó muối thứ nhất là muối sulfat, tốt hơn là magie sulfat hoặc amoni sulfat.
4. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó muối thứ hai là muối hữu cơ của lithi, natri, kali, xesi, magie, canxi, stronti hoặc bari, tốt hơn là muối hữu cơ của lithi, natri, kali, xesi, hoặc magie, tốt hơn nữa là muối hữu cơ của natri.
5. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó muối thứ hai là muối carboxylat.
6. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm 4 và 5, trong đó muối thứ hai là natri axetat, natri propionat hoặc natri 2-etyl hexanoat.

7. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm 3 và 6, trong đó muối thứ nhất là magie sulfat hoặc amoni sulfat và muối thứ hai là natri axetat, natri propionat hoặc natri 2-etyl hexanoat.
8. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó muối thứ hai có độ tan trong pha nước ít nhất là 100 g/l và trong đó độ tan của muối thứ hai trong pha nước ít nhất cao hơn 10 lần so với độ tan của muối thứ hai trong pha không nước.
9. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này bao gồm từ 0,1 đến 10% khối lượng là muối thứ hai, tính trên khối lượng của pha nước, tốt hơn là từ 1 đến 5% khối lượng.
10. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chế phẩm này bao gồm từ 1,0% khối lượng đến 49% khối lượng là nước, tốt hơn là từ 5,0 đến 25% khối lượng, tính trên khối lượng của toàn bộ chế phẩm phủ.
11. Chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất kết dính có thể tự oxy hóa là nhựa alkyl.
12. Nền được phủ lớp phủ được tạo thành từ chế phẩm phủ nước trong dầu theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên.