



- (12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
1-0045270
(51)^{2020.01} **B65D 25/14**; C09D 133/12; C09D 133/08 (13) **B**

-
- (21) 1-2021-00786 (22) 19/07/2019
(86) PCT/US2019/042662 19/07/2019 (87) WO2020/018943 23/01/2020
(30) 62/701,158 20/07/2018 US
(45) 25/04/2025 445 (43) 25/05/2021 398A
(71) HERCULES LLC (US)
500 Hercules Road, Wilmington, Delaware 19808, United States of America
(72) BRUSH, Kelly Anne (US); KRISHNAN, Venkataram (US); STOKLOSA, Grzegorz (US); CHERIAN, Zeena Kottukapally (US).
(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)
-

- (54) CHẾ PHẨM HÒA TAN ĐƯỢC HOẶC PHÂN TÁN ĐƯỢC TRONG NƯỚC, CHẾ PHẨM PHỦ BẢO VỆ DẠNG NƯỚC VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CHẾ PHẨM PHỦ BẢO VỆ DẠNG NƯỚC NÀY

(21) 1-2021-00786

(57) Sáng chế đề cập chung đến chế phẩm hòa tan được hoặc phân tán được trong nước chứa polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có các nhóm kỵ nước được gắn mũ một và hai đầu. Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước và phương pháp sản xuất chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước này. Ngoài ra, sáng chế cũng đề cập đến các ứng dụng của chúng trong các lĩnh vực công nghiệp khác nhau như các lớp phủ.

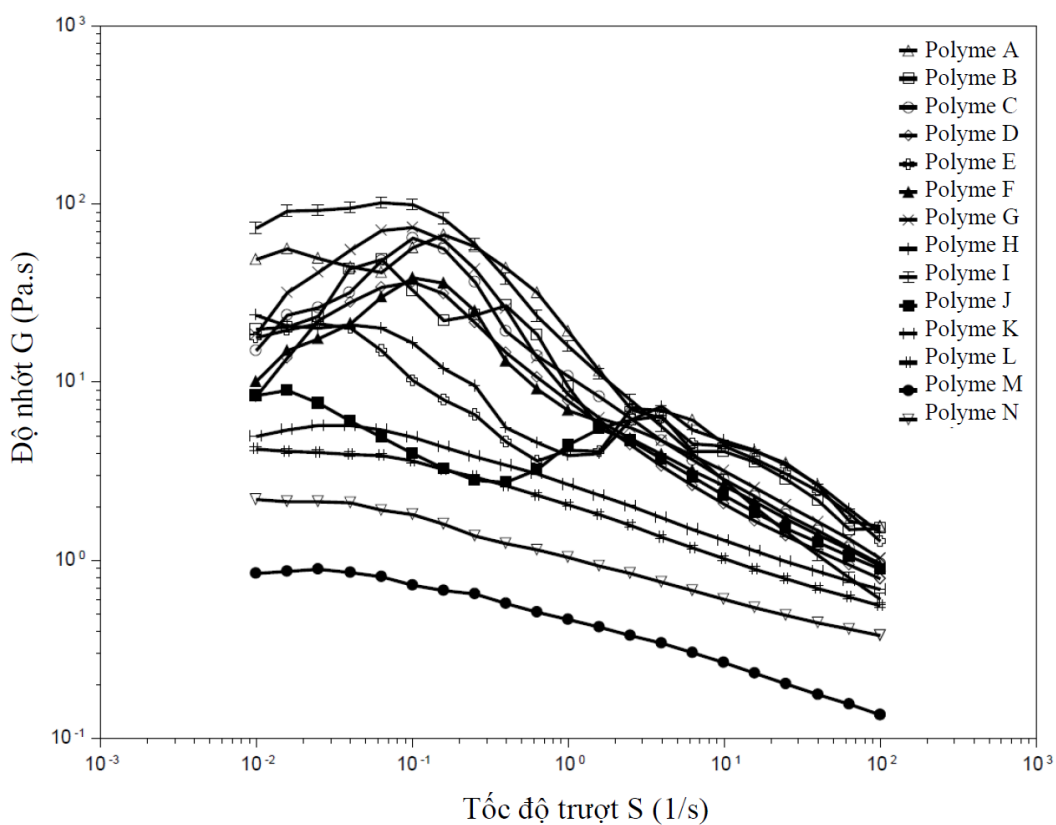


Fig. 3

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

(Các) quy trình, (các) thủ tục, (các) phương pháp), (các) sản phẩm, (các) kết quả, và/hoặc (các) khái niệm (sau đây được gọi chung là “sáng chế”) được bộc lộ trong bản mô tả này đề cập chung đến chế phẩm hòa tan được hoặc phân tán được trong nước chứa polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có các nhóm kỵ nước được gắn mũ một và hai đầu. Ngoài ra, sáng chế đề cập đến các ứng dụng của chúng trong các lĩnh vực công nghiệp khác nhau như các lớp phủ.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các polyme hòa tan được trong nước (cũng được gọi chung là "chất làm đặc" hoặc "chất điều chỉnh tính lưu biến") được sử dụng rộng rãi trong nhiều hệ gốc nước trong dưới dạng các chất phụ gia để điều chỉnh tập tính dòng chảy của chúng. Các chất làm đặc làm tăng và duy trì độ nhớt ở mức cần thiết dưới các điều kiện xử lý đã định và các tình huống sử dụng cuối. Các chất làm đặc là hữu ích, ví dụ, trong các lớp phủ trang trí và bảo vệ, các lớp phủ giấy, mỹ phẩm và các sản phẩm chăm sóc cá nhân, các chất tẩy rửa, các dược phẩm, các chất kết dính và các chất bột kín, các chế phẩm dùng trong nông nghiệp, và các dung dịch khoan dầu mỏ.

Trong những năm gần đây, các chất làm đặc liên kết tổng hợp đã tăng về tầm quan trọng, đặc biệt là trong việc kiểm soát lưu biến học của các lớp phủ gốc nước và sơn latex. Vì các chất làm đặc liên kết tổng hợp được điều chế từ các chất hóa học cơ bản, chúng có thể được bào chế có tính đến các đặc tính nhất định. Nói cách khác, các chất làm đặc liên kết tổng hợp có thể được điều chỉnh đối với các đặc tính mong muốn và/hoặc các đặc tính đích ngay từ đầu. Các chất làm đặc liên kết tổng hợp có một số vai trò trong các hệ nước. Chẳng hạn, trong các sơn latex và các lớp phủ gốc nước, chất làm đặc có thể tạo ra độ ổn định cải thiện và huyền phù với chất màu, cũng như các đặc tính lưu biến và ứng dụng cải thiện. Trong các sản phẩm chăm sóc cá nhân, các chất làm đặc có thể thu được khối, sự cảm nhận, sự mượt mà, và sự phong phú được cải thiện của sản phẩm, làm cho sản phẩm được ưa thích hơn về mặt thẩm mỹ.

Các chất điều chỉnh tính lưu biến được sử dụng trong các lớp phủ hoặc sơn gốc nước có thể kiểm soát độ nhớt trong một khoảng tốc độ trượt rộng. Chúng thường được phân loại và được gọi là các chất tạo độ nhớt tốc độ trượt thấp, giữa và cao. Chất tạo độ nhớt tốc độ trượt thấp được sử dụng khi sơn được bảo quản trong bình và/hoặc ngay sau khi nó được đưa vào nền. Chất tạo độ nhớt trượt thấp đủ là cần thiết để chống lại sự lắng chất màu và sự lún màng mà còn để thu được sự san bằng cần thiết của sơn màng được phủ. Độ nhớt Brookfield là thước đo phổ biến của độ nhớt trượt thấp của sơn.

Chất tạo độ nhớt trượt trung bình được sử dụng khi sơn đang khuấy, rót, và đôi khi bơm. Chất tạo độ nhớt trượt trung bình tạo điều kiện thuận lợi cho hình thức tốt trong bình và các đặc tính xử lý và cũng có thể ảnh hưởng đến sự bắn tung. Các thước đo phổ biến của độ nhớt trượt trung bình bao gồm độ nhớt Stormer, độ nhớt Brookfield ở tốc độ vòng/phút cao và độ nhớt Rotathinner. Độ nhớt Stormer được biểu thị dưới dạng đơn vị Kreb (Kreb Unit - KU). Do đó, chất điều chỉnh tính lưu biến tạo ra độ nhớt trượt trung bình thường được gọi là “chất tạo độ nhớt KU”.

Chất tạo độ nhớt trượt cao được sử dụng khi sơn được sử dụng cho việc quét, lăn và phun. Chất tạo độ nhớt trượt cao ảnh hưởng đến việc quét và kéo con lăn cũng như việc xây dựng màng, do đó góp phần vào việc che giấu. Độ nhớt trượt cao thường được đo bằng cách sử dụng nhớt kế côn-đĩa bao gồm nhớt kế ICI chuẩn. Do đó, chất điều chỉnh tính lưu biến mà mang lại độ nhớt trượt cao tốt thường được gọi là “chất tạo độ nhớt ICI”.

Với mỗi thay đổi về tốc độ trượt, sơn trải qua sự thay đổi về độ nhớt từ trượt thấp đến trượt trung bình cuối cùng đến trượt cao từ đó tốc độ trượt cao hơn dẫn đến độ nhớt thấp. Do đó, chất điều chỉnh tính lưu biến phải được phát triển để thoả mãn các tốc độ trượt thay đổi của sơn để tối ưu hóa tính chịu lún, dòng chảy và sự san bằng qua khoảng tốc độ trượt.

Điều không may là, rất thách thức để duy trì tính chịu lún cũng như dòng chảy và sự san bằng tốt bằng cách sử dụng một chất điều chỉnh tính lưu biến. Khi tính chịu lún cải thiện, dòng chảy và sự san bằng trở nên xấu hơn. Mặc dù sơn sẽ không chảy nhỏ giọt, các vết quét và con lăn sẽ còn lại do khả năng gia công bị tổn hại từ việc dòng chảy và sự san bằng kém. Sơn mà thể hiện dòng chảy và sự san bằng tốt nhưng tính chịu lún

kém sẽ dẫn đến chảy nhỏ giọt. Nhà bào chế lớp phủ phải tối ưu hóa đối với sự lún và dòng chảy cũng như duy trì hoặc cải thiện các đặc tính sơn khác như che giấu bằng một số lượng lớp nhỏ nhất, kéo dài thời gian mở, tính kháng đông đặc, các đặc tính ứng dụng lăn và quét, và độ bền nhuộm. Ví dụ, khó để sử dụng một chất điều chỉnh tính lưu biến để đáp ứng cả hai yêu cầu độ nhớt KU và ICI trong các chế phẩm sơn. Trong một số ứng dụng, tổ hợp của chất điều chỉnh tính lưu biến độ nhớt KU và chất điều chỉnh tính lưu biến độ nhớt ICI phải được sử dụng.

Mong muốn làm tăng độ nhớt ICI và hiệu quả của chất điều chỉnh tính lưu biến xây dựng ICI mà không tăng đồng thời độ nhớt KU bởi vì sự tăng độ nhớt KU giới hạn khả năng của nhà bào chế để bổ sung chất điều chỉnh tính lưu biến xây dựng KU vào chế phẩm bào chế. Chế phẩm bào chế với chất điều chỉnh tính lưu biến xây dựng KU không đủ được bổ sung vào có thể thể hiện tính chịu lún kém và chảy nhỏ giọt khi được áp dụng vào nền. Cũng đáng mong muốn sử dụng một chất điều chỉnh tính lưu biến để tối ưu hóa hiệu quả sơn thông qua một khoảng tốc độ trượt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm hòa tan được hoặc phân tán được trong nước chứa polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có các nhóm kỵ nước được gắn mũ một và hai đầu, trong đó các nhóm kỵ nước được gắn mũ hai đầu chiếm ít nhất 50% khối lượng tính theo tổng khối lượng của các nhóm kỵ nước được gắn mũ ở đầu.

Sáng chế còn đề cập đến chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước chứa chế phẩm hòa tan được hoặc phân tán được trong nước.

Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước bao gồm:

- (a) bổ sung polyme latex vào dung dịch nước; và
- (b) bổ sung chế phẩm hòa tan được hoặc phân tán được trong nước vào dung dịch nước để tạo ra chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là đồ thị thể hiện các độ nhớt ICI đối với các polyme A-N.

Fig. 2 là đồ thị thể hiện các độ nhớt Stormer đối với các polyme A-N.

Fig. 3 là đồ thị thể hiện độ nhớt của sơn so với tốc độ trượt đối với các polyme A-N.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trước khi giải thích cụ thể ít nhất một phương án theo sáng chế, cần hiểu rằng sáng chế không chỉ giới hạn ở việc ứng dụng nó cho các chi tiết kết cấu và việc sắp xếp các thành phần hoặc các bước hoặc các phương pháp nêu trong phần mô tả sau đây hoặc được minh họa trong phần hình vẽ. Sáng chế có khả năng gồm các phương án khác hoặc được thực hành hoặc được thực hiện theo nhiều cách. Ngoài ra, cần hiểu rằng cách diễn đạt và thuật ngữ được dùng trong bản mô tả này chỉ nhằm mục đích mô tả chứ không nhằm mục đích giới hạn.

Trừ khi có quy định khác trong bản mô tả này, các thuật ngữ kỹ thuật được sử dụng trong sáng chế sẽ có nghĩa mà thường được hiểu bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Ngoài ra, trừ khi được yêu cầu khác theo ngữ cảnh, các thuật ngữ ở dạng số ít sẽ bao gồm cả dạng số nhiều và các thuật ngữ ở dạng số nhiều sẽ bao gồm cả dạng số ít.

Tất cả các patent, đơn sáng chế đã được công bố, và các công bố không phải patent được đề cập trong bản mô tả này biểu thị trình độ của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực mà sáng chế liên quan đến. Toàn bộ nội dung của tất cả các patent, đơn sáng chế đã được công bố, và công bố không phải patent được viện dẫn trong phần bất kỳ của sáng chế này được kết hợp rõ ràng vào đây bằng cách viện dẫn toàn bộ ở mức độ tương tự như thể mỗi patent hoặc công bố được chỉ ra một cách cụ thể và riêng biệt để được kết hợp bằng cách viện dẫn.

Tất cả các vật phẩm và/hoặc các phương pháp được bộc lộ trong bản mô tả này có thể được tạo ra và được thực hiện mà không cần thử nghiệm quá mức khi xem xét sáng chế. Trong khi các vật phẩm và các phương pháp theo sáng chế đã được mô tả liên quan đến các phương án được ưu tiên, sẽ rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này là các thay đổi có thể được áp dụng cho các vật phẩm và/hoặc các phương pháp và trong các bước hoặc trong trình tự các bước của (các) phương pháp

được mô tả trong bản mô tả này mà không vượt quá khái niệm, ý tưởng và phạm vi của sáng chế. Tất cả các thay thế và các cải biến tương tự như vậy hiển nhiên đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này được cho rằng thuộc ý tưởng, phạm vi và khái niệm của sáng chế.

Khi được sử dụng trong bản mô tả, các thuật ngữ sau, trừ khi có chỉ dẫn khác, sẽ được hiểu là có các ý nghĩa sau đây.

Việc sử dụng thuật ngữ số ít “một” khi được sử dụng kết hợp với thuật ngữ “chứa” có thể có nghĩa là “một,” nhưng cũng phù hợp với nghĩa “một hoặc nhiều”, “ít nhất một”, và “một hoặc nhiều hơn một”. Việc sử dụng thuật ngữ “hoặc” được sử dụng có nghĩa “và/hoặc” trừ khi được chỉ ra một cách rõ ràng để đề cập đến các lựa chọn thay thế nếu các lựa chọn thay thế này loại trừ lẫn nhau, mặc dù bản mô tả đưa ra định nghĩa là chỉ đề cập đến các lựa chọn thay thế và “và/hoặc”. Trong toàn bộ đơn sáng chế này, thuật ngữ “khoảng” được dùng để chỉ trị số bao gồm sự thay đổi vốn có của sai số đối với thiết bị định lượng, (các) phương pháp được sử dụng để xác định trị số, hoặc sự thay đổi giữa các đối tượng nghiên cứu. Ví dụ, nhưng không nhằm giới hạn, khi thuật ngữ “khoảng” được sử dụng, trị số được chỉ định có thể thay đổi một lượng cộng hoặc trừ mười hai phần trăm, hoặc mười một phần trăm, hoặc mười phần trăm, hoặc chín phần trăm, hoặc tám phần trăm, hoặc bảy phần trăm, hoặc sáu phần trăm, hoặc năm phần trăm, hoặc bốn phần trăm, hoặc ba phần trăm, hoặc hai phần trăm, hoặc một phần trăm. Việc sử dụng thuật ngữ “ít nhất một” sẽ được hiểu bao gồm một cũng như số lượng bất kỳ lớn hơn một, bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở, 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 100, v.v.. Thuật ngữ “ít nhất một” có thể mở rộng lên đến 100 hoặc 1000 hoặc lớn hơn tùy thuộc vào thuật ngữ mà nó gắn với. Ngoài ra, lượng 100/1000 không được xem như là giới hạn vì các giới hạn thấp hơn hoặc cao hơn cũng có thể tạo ra các kết quả thỏa mãn. Ngoài ra, việc sử dụng thuật ngữ “ít nhất một trong số X, Y, và Z” sẽ được hiểu bao gồm X riêng rẽ, Y riêng rẽ, và Z riêng rẽ, cũng như tổ hợp bất kỳ của X, Y, và Z. Việc sử dụng thuật ngữ số thứ tự (nghĩa là, “thứ nhất”, “thứ hai”, “thứ ba”, “thứ tư”, v.v.) chỉ nhằm mục đích phân biệt giữa hai hoặc nhiều hơn hai khoản mục và, trừ khi được chỉ ra một cách rõ ràng theo cách khác, không có nghĩa là ngụ ý trình tự hoặc thứ tự bất kỳ hoặc tầm quan trọng của một khoản mục đối với một khoản mục khác hoặc thứ tự bổ sung bất kỳ.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, các từ “bao gồm” (và dạng bất kỳ của bao gồm, như “gồm” và “gồm có”), “có” (và dạng bất kỳ của có, như “mang”), “kể cả” (và dạng bất kỳ của kể cả, như “bao gồm cả” và “gồm cả”) hoặc “chứa” (và dạng bất kỳ của chứa, như “có chứa” và “chứa đựng”) là có nghĩa bao gồm hoặc kết thúc mở và không loại trừ các yếu tố hoặc các bước phương pháp khác, chưa được nêu. Các thuật ngữ “hoặc các tổ hợp của chúng” và “và/hoặc các tổ hợp của chúng” như được sử dụng trong bản mô tả này chỉ tất cả các hoán vị và các tổ hợp của các khoản mục được liệt kê trước thuật ngữ này. Ví dụ, “A, B, C, hoặc các tổ hợp của chúng” được dự định bao gồm ít nhất một trong số: A, B, C, AB, AC, BC, hoặc ABC và, nếu thứ tự là quan trọng trong ngữ cảnh cụ thể, cũng bao gồm BA, CA, CB, CBA, BCA, ACB, BAC, hoặc CAB. Tiếp theo ví dụ này, đặc biệt được bao gồm là các tổ hợp mà chứa sự lặp lại của một hoặc nhiều khoản mục hoặc thuật ngữ, như BB, AAA, AAB, BBC, AAABCCCC, CBBAAB, CABABB, v.v.. Người có hiểu biết trung bình sẽ hiểu rằng thông thường không có giới hạn về số lượng khoản mục hoặc thuật ngữ trong tổ hợp bất kỳ, trừ khi được chỉ ra rõ ràng theo cách khác từ ngữ cảnh.

Nhằm các mục đích của phần mô tả chi tiết sau đây, không phải là trong các ví dụ vận hành bất kỳ, hoặc trong đó nếu không có chỉ dẫn khác, các số mà biểu thị, ví dụ, các lượng của các thành phần được sử dụng trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ cần phải được hiểu là được điều chỉnh trong tất cả các trường hợp bằng thuật ngữ "khoảng". Các thông số bằng số được nêu trong bản mô tả và yêu cầu bảo hộ kèm theo là xấp xỉ mà có thể thay đổi tùy thuộc vào các đặc tính mong muốn cần thu được khi thực hành sáng chế.

Thuật ngữ “alkyl” được dùng để chỉ nhóm hydrocarbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh bão hòa có 1 đến 50 cacbon.

Thuật ngữ “alkylen” như được sử dụng trong bản mô tả này được dùng để chỉ nhóm hydrocarbon mạch thẳng hoặc mạch nhánh, chưa bão hòa có 1 đến 50 nguyên tử cacbon với một hoặc nhiều liên kết đôi cacbon-cacbon.

Thuật ngữ “aryl” được dùng để chỉ nhóm hydrocarbon thơm một hoặc đa nhân chứa các nhóm thơm vòng cacbon và dị vòng.

Thuật ngữ “monome” được dùng để chỉ phân tử nhỏ mà liên kết hóa học trong quá trình polyme hóa với một hoặc nhiều monome thuộc loại giống hoặc khác nhau để tạo ra polyme.

Thuật ngữ “polyme” được dùng để chỉ phân tử lớn chứa một hoặc nhiều loại gốc monome (các đơn vị lặp lại) được nối bằng các liên kết hóa học đồng hóa trị. Bằng định nghĩa này, polyme bao gồm các hợp chất trong đó số lượng đơn vị monome có thể nằm trong khoảng từ rất ít, mà phổ biến hơn có thể được gọi là các oligome, đến rất nhiều. Các ví dụ không nhằm mục đích giới hạn về các polyme bao gồm các homopolyme, và non-homopolyme như các copolyme, các terpolyme, các tetrapolyme và các chất tương tự cao hơn.

Tất cả các tỷ lệ phần trăm, tỷ lệ, và tỷ lệ tương quan được sử dụng trong bản mô tả này là dựa trên cơ sở khối lượng trừ khi được quy định khác.

Sáng chế đề cập đến chế phẩm hòa tan được hoặc phân tán được trong nước chứa polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có các nhóm kỵ nước được gắn mũ một và hai đầu. Các nhóm kỵ nước được gắn mũ hai đầu chứa ít nhất 50%, hoặc ít nhất 55%, hoặc ít nhất 60%, hoặc ít nhất 65%, hoặc ít nhất 70%, hoặc từ khoảng 70% đến khoảng 98% khối lượng tính theo tổng khối lượng của các nhóm kỵ nước được gắn mũ ở đầu.

Khối lượng phân tử trung bình khối của polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có thể nằm trong khoảng từ khoảng 500 đến khoảng 2.000.000 Dalton, hoặc từ khoảng 500 đến khoảng 50.000 Dalton, hoặc từ khoảng 1.000 đến khoảng 1.500.000 Dalton, hoặc từ khoảng 1.000 đến khoảng 40.000 Dalton, hoặc từ khoảng 3.000 đến khoảng 30.000 Dalton, hoặc từ khoảng 5.000 đến khoảng 1.000.000 Dalton, hoặc từ khoảng 15.000 đến khoảng 500.000 Dalton, hoặc từ khoảng 20.000 đến khoảng 100.000 Dalton.

Polyalkylen glycol thích hợp có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, polyetylen glycol (PEG), polypropylen glycol (PPG), polybutylen glycol và polytetrahydrofuran. Polyalkylen glycol cũng có thể là copolyme gồm ít nhất hai alkylen oxit mà có thể được chọn từ nhóm bao gồm etylen oxit, propylen oxit và butylen oxit. Theo một phương án không nhằm mục đích giới hạn, copolyme có thể là polyetylen glycol-polypropylen glycol.

Theo một phương án không nhằm mục đích giới hạn, polyalkylen glycol là polyetylen glycol (PEG). Các PEG được điều chế bằng cách polyme hóa etylen oxit và có bán trên thị trường với một khoảng rộng của khối lượng phân tử trung bình số từ khoảng 300 đến khoảng 10.000.000 Dalton. Các khối lượng phân tử của các PEG được sử dụng trong sáng chế có thể thay đổi từ khoảng 1.000 đến khoảng 5.000.000 Dalton, hoặc từ khoảng 2.000 đến khoảng 2.000.000 Dalton, hoặc từ khoảng 3.000 đến khoảng 1.000.000 Dalton, hoặc từ khoảng 5.000 đến khoảng 60.000 Dalton.

Polyetylen glycol có thể bao gồm các sản phẩm thương mại, ví dụ, nhưng không chỉ giới hạn ở, Polyetylen Glycol 200, Polyetylen Glycol 300, Polyetylen Glycol 400, Polyetylen Glycol 600, Polyetylen Glycol 1.000, Polyetylen Glycol 1.500, Polyetylen Glycol 2.000, Polyetylen Glycol 3.000, Polyetylen Glycol 3.350, Polyetylen Glycol 4.000, Polyetylen Glycol 4.600, Polyetylen Glycol 6.000, Polyetylen Glycol 8.000, Polyetylen Glycol 10.000, Polyetylen Glycol 12.000, Polyetylen Glycol 20.000, Polyetylen Glycol 35.000, và Polyetylen Glycol 40.000 mà có bán trên thị trường từ Sigma-Aldrich; và Polyglykol 400, Polyglykol 600, Polyglykol 4.000S, Polyglykol 8.000S, Polyglykol 9.000S, Polyglykol 20.000S, và Polyglykol 35.000S mà có bán trên thị trường từ Clariant.

Các ví dụ về polypropylen glycol có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, Poly(propylen glycol) 425, Poly(propylen glycol) 725, Poly(propylen glycol) 1.000, Poly(propylen glycol) 2.000, Poly(propylen glycol) 2.700 và Poly(propylen glycol) 4.000, mà tất cả có bán trên thị trường từ Sigma-Aldrich.

Đối với copolyme của polyetylen glycol-polypropylen glycol, tỷ lệ khối lượng của PPG/PEG có thể thay đổi ở khoảng 80:20 đến khoảng 3:97, hoặc khoảng 70:30 đến khoảng 5:95, hoặc khoảng 50:50 đến khoảng 10:90. Các ví dụ về polyetylen glycol-polypropylen glycol có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, Poly(etylen glycol)-*khối*-poly-(propylen glycol)-*khối*-poly-(etylen glycol) có M_n 8.400, có bán trên thị trường từ Sigma-Aldrich.

Các ví dụ về polytetrahydrofuran có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, Polytetrahydrofuran 250, Polytetrahydrofuran 650, Polytetrahydrofuran 1.000,

Polytetrahydrofuran 2.000, và Polytetrahydrofuran 2.900, mà tất cả có bán trên thị trường từ Sigma-Aldrich.

Các nhóm kỵ nước có thể là các phân tử giống nhau hoặc khác nhau và có thể được chọn từ nhóm bao gồm các nhóm hydrocarbyl, alkyl, aryl, arylalkyl, vòng béo, perfluoralkyl, carbosilyl, đa vòng, và dạng cây phức tạp. Các nhóm kỵ nước có thể chứa ít nhất một nguyên tử khác loại bao gồm nitơ, oxy, lưu huỳnh và phospho. Các nhóm kỵ nước này có thể là bão hòa hoặc chưa bão hòa, mạch nhánh hoặc mạch thẳng. Giới hạn trên của số nguyên tử cacbon trong các nhóm kỵ nước có thể là 40 cacbon, hoặc 27 cacbon, hoặc 22 cacbon hoặc 18 cacbon; giới hạn dưới của số nguyên tử cacbon trong các nhóm kỵ nước có thể là 1 cacbon, hoặc 4 cacbon, hoặc 8 cacbon, hoặc 10 cacbon, hoặc 12 cacbon. Khi các nhóm kỵ nước được chọn một cách độc lập từ alkyl, perfluoralkyl và carbosilyl, khoảng cacbon có thể được thay đổi từ 1 đến 40 cacbon, hoặc từ 4 đến 24 cacbon, hoặc từ 6 đến 20 cacbon, hoặc từ 8 đến 16 cacbon, hoặc từ 10 đến 16 cacbon. Khi các nhóm kỵ nước là các nhóm aryl, arylalkyl, vòng béo, và đa vòng, khoảng cacbon là từ 3 đến 40, hoặc từ 6 đến 29 cacbon, hoặc từ 14 đến 25 cacbon.

Theo một phương án không nhằm mục đích giới hạn, nhóm kỵ nước có thể là alkyl có 1 đến 40 cacbon, hoặc 4 đến 24 cacbon, hoặc 6 đến 20 cacbon, hoặc 8 đến 16 cacbon, hoặc 10 đến 16 cacbon. Các ví dụ cụ thể về các nhóm kỵ nước có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các nhóm octyl, nonyl, dextyl, undextyl, dodextyl, hexadextyl, và octadextyl.

Các polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có thể chứa từ khoảng 0,1% đến khoảng 10%, hoặc từ khoảng 0,4% đến khoảng 8%, hoặc từ khoảng 0,8% đến khoảng 5% khối lượng các nhóm kỵ nước tính theo tổng khối lượng của các polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước.

Polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có thể được tạo ra bằng cách trộn polyalkylen glycol nóng chảy với kiềm ở nhiệt độ cao tiếp theo bổ sung chất kỵ nước mà được gắn mũ ở đầu với polyalkylen glycol.

Chất kỵ nước có thể là alkyl halogenua và/hoặc monoepoxit. Các ví dụ về các alkyl halogenua có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, 1-bromobutan, 1-bromohexan, 1-bromoheptan, 1-bromooctan, 1-bromodecan, 1-bromododecan, 1-

bromotetradecan, 1-bromohexadecan, 1-bromooctadecan, và 1-bromodocosan. Các ví dụ về monoepoxit có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, allylglycidyl ete (AGE), 2-ethylhexylglycidyl ete (EHGE), hexadexylglycidyl ete (HAGE-13, có bán trên thị trường từ Sachem), oxiran [(Docosyloxy), metyl] (HAGE-22, có bán trên thị trường từ Sachem), naphthylglycidyl ete (NGE), n-butylglycidyl ete (n-BGE), iso-Butylglycidyl ete (iso-BGE), và Cardura™ E10P glycidyl ete và glycidyl este của axit Versatic™ 10 (Hexion).

Chế phẩm hòa tan được hoặc phân tán được trong nước chứa polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có thể được sử dụng làm chất điều chỉnh tính lưu biến trong các lớp phủ. Chế phẩm hòa tan được hoặc phân tán được trong nước cũng có thể chứa các chất điều chỉnh tính lưu biến khác bao gồm polysacarit hoặc các dẫn xuất của nó. Polysacarit và các dẫn xuất của nó có thể được chọn từ nhóm bao gồm xenluloza, chitin, chitosan, tinh bột, galactomannan và các dẫn xuất của chúng. Theo một phương án không nhằm mục đích giới hạn, dẫn xuất của xenluloza là xenluloza ete bao gồm hydroxyetyl xenluloza, hydroxypropyl xenluloza, metyl xenluloza, metylhydroxyetyl xenluloza, metylhydroxypropyl xenluloza, và carboxymetyl xenluloza.

Theo một phương án khác không nhằm mục đích giới hạn, các dẫn xuất của guar có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, carboxymetyl guar, carboxymetylhydroxypropyl guar, hydroxypropyl guar cation, hydroxyalkyl guar như hydroxyetyl guar, hydroxypropyl guar, và hydroxybutyl guar, các carboxylalkyl guar như carboxymetyl guar, carboxylpropyl guar, carboxybutyl guar, và các chất tương tự.

Sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước chứa polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước và polyme latex. Polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước là giống như đã được mô tả trên đây. Nhiều loại polyme latex có thể được sử dụng trong chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước theo sáng chế. Chúng có thể được tạo ra bằng cách polyme hóa các monome chưa bão hòa etylen khác nhau, như etylen, vinyl, và acrylic monome. Thông thường, các polyme latex được tạo ra bằng cách copolyme hóa nhiều hơn một monome để đạt được một số đặc tính mong muốn, đặc biệt là đối với các ứng dụng trong các sơn latex với rất ít hoặc không có các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi (volatile organic compound - VOC). Các ví dụ về polyme latex được sử dụng trong chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các homo-

hoặc co-polymer của vinyl axetat, axit metacrylic, metylacrylat, metylmetacrylat, etylacrylat, butyl acrylat, styren, etylen, vinyl clorua, vinyl este của axit versatic (VeoVa), vinyl propionat, butadien, acrylonitril, maleat, và fumarat. Theo một phương án không nhằm mục đích giới hạn, polymer latex được chọn từ nhóm bao gồm acrylic, vinyl-acrylic và styren-acrylic.

Các polymer latex khác có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, alkyd, xenluloza (xenluloza nitrat và xenluloza este), coumaron-inden, epoxy, este, hydrocacbon, melamin, nhựa tự nhiên, nhựa oleo, phenolic, polyamit, polyester, rosin, silicon, terpen, ure, uretan, vinyl, và các chất tương tự.

Chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước có thể còn chứa chất màu, chất kết tụ, dung môi, chất thấm ướt, chất khử bọt, chất ghép đôi, chất phân tán, chất làm đặc, chất diệt sinh vật, chất diệt nấm mốc, và chất hoạt động bề mặt. Chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước có thể tùy ý chứa các thành phần khác như các thành phần thường được sử dụng trong các chế phẩm như vậy. Các thành phần thông thường bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, một hoặc nhiều thành phần sau: chất độn, chất làm khô, chất làm phẳng, chất dẻo hóa, chất làm ổn định, chất làm nhớt, chất tạo huyền phù, chất kiểm soát sự chảy, chất chống tạo màng, chất kéo dài, chất trợ hình thành màng, chất liên kết ngang, chất cải tiến bề mặt, chất ức chế ăn mòn, chất trợ san bằng, chất cải tiến bề mặt, chất giữ ẩm/chất làm ẩm (ví dụ, etylen glycol, propylen glycol, và hexylen glycol), chất điều chỉnh độ pH, và các thành phần khác hữu ích trong các chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước.

Các ví dụ cụ thể về các chất màu có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, chất màu thô carbazol dioxazin, azo, monoazo, disazo, naphtol AS, loại muối (chất màu đỏ tía), benzimidazolone, ngưng tụ, phức kim loại, isoindolinon, isoindolin và phtaloxyanin đa vòng, quinacridon, perylen, perinon, diketopyrrolo pyrrol, thioindigo, anthraquinon, indanthron, anthrapyrimidin, flavanthron, pyranthron, anthanthron, dioxazin, triarylcarbonium, chất màu quinophtalon, diketo pyrrolo pyrrol đỏ (“diketo pyrrolo pyrrole red - DPPBO đỏ”), titan dioxit, muối than, bari sulfat, canxi silicat, kẽm oxit, magie nhôm silicat, canxi cacbonat kết tủa, canxi cacbonat nghiền, cao lanh, bột talc, đất sét, bari sulfat, hạt thủy tinh, canxi sulfat, bari sulfat, kẽm sulfua, kẽm cacbonat, trắng satin, nhôm silicat, đất tảo silic, magie silicat, silic dioxit vô định hình tổng hợp, silic dioxit keo, alumin keo, alumin khối, silic dioxit khối, giả boehmit, nhôm hydroxit,

alumin, alumin biến đổi, lithopon, zeolit, haloysit được hydrat hóa, magie cacbonat, magie hydroxit, muối đèn, sắt oxit đen, sắt oxit đỏ, sắt oxit vàng, sắt oxit nâu (hỗn hợp gồm oxit đỏ và vàng với đen), phtaloxyanin xanh lục, phtaloxyanin xanh lam, các đồ hữu cơ (như naphtol đỏ, quinacridon đỏ và toulidin đỏ), quinacridon đỏ tía, quinacridon tím, DNA cam, và/hoặc các vàng hữu cơ (như vàng Hansa).

Thông thường, các loại titan dioxit được sử dụng trong chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước được biến đổi bề mặt bằng các oxit vô cơ khác nhau, như silicat, aluminat, và zirconat. Nhôm silicat, nepelin syenit, mica, canxi cacbonat, và/hoặc đất tảo silic cũng có thể được dùng.

Theo một phương án không nhằm mục đích giới hạn, polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước theo sáng chế có thể được áp dụng dưới dạng chất tạo tốc độ trượt cao để làm tăng độ nhớt ICI mà không làm tăng đồng thời độ nhớt KU. Trong bản mô tả này, polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có thể được đặc trưng bằng công thức sau:

$$Ef = (\text{Dicap}\%) \times (\text{PEG } M_n)^3 / 10^{12}$$

trong đó Ef là hệ số hiệu quả, Dicap% là phần trăm khối lượng của các nhóm kỵ nước được gắn mũ hai đầu dựa trên tổng các nhóm kỵ nước được gắn mũ ở đầu và PEG M_n là khối lượng phân tử trung bình số của PEG để tạo ra polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước. Ef có thể được thay đổi từ khoảng 5 đến khoảng 15.000, hoặc từ khoảng 25 đến khoảng 13.000, hoặc từ khoảng 550 đến khoảng 13.000.

Hỗn hợp gồm các polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước chứa các loại khác nhau của các nhóm kỵ nước cũng có thể được sử dụng để điều chỉnh độ nhớt để đáp ứng các yêu cầu cho các chế phẩm phủ. Ví dụ, đã bất ngờ phát hiện ra rằng bằng kết hợp hỗn hợp bao gồm ít nhất hai polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có các loại khác nhau của các nhóm kỵ nước vào trong các lớp phủ gốc nước và điều chỉnh một cách độc lập các lượng của các polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước, độ nhớt Stormer và độ nhớt ICI của các lớp phủ có thể được tăng cường một cách đáng kể. Bằng cách lựa chọn các nhóm kỵ nước thích hợp và các lượng của chúng được ghép lên trên các polyme nền polyalkylen glycol, sự cân bằng giữa độ nhớt Stormer và độ nhớt ICI có thể đạt được trong các lớp phủ gốc nước. Các hệ polyme được biến đổi kỵ nước hỗn

hợp này có thể bao gồm các phối trộn của ít nhất hai polyme được biến đổi kỵ nước từ đó cho phép các nhà bào chế lớp phủ điều chỉnh sự cân bằng giữa các độ nhớt Stormer và ICI và các đặc tính lưu biến khác, như dòng chảy, sự san bằng, tính chống bắn tung và khả năng để treo pha phân tán của chế phẩm phủ.

Theo một phương án không nhằm mục đích giới hạn, các polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có thể chứa các nhóm kỵ nước alkyl và/hoặc alkylen hỗn hợp. Các nhóm alkyl và/hoặc alkylen có thể chứa từ 4 đến 22 cacbon, hoặc từ 6 đến 18 cacbon, hoặc từ 8 đến 16 cacbon. Theo một phương án khác không nhằm mục đích giới hạn, các polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có thể chứa các nhóm kỵ nước aryl, arylalkyl, vòng béo và đa vòng hỗn hợp mà có thể chứa từ 3 đến 40 cacbon, hoặc từ 6 đến 29 cacbon, hoặc từ 14 đến 25 cacbon. Theo một phương án khác nữa không nhằm mục đích giới hạn, các polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có thể chứa các nhóm kỵ nước alkyl, hoặc alkylen aryl, arylalkyl, vòng béo và đa vòng hỗn hợp.

Theo một phương án không nhằm mục đích giới hạn, tỷ lệ khối lượng của hai loại khác nhau của các nhóm kỵ nước có thể được thay đổi từ khoảng 25:1 đến khoảng 1:25, hoặc từ khoảng 10:1 đến khoảng 1:10, hoặc từ khoảng 5:1 đến khoảng 1:5.

Lượng của các polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước được sử dụng trong chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước theo sáng chế là lượng có hiệu quả trong việc tạo ra các đặc tính làm đặc và lưu biến mong muốn cho chế phẩm phủ. Theo một phương án không nhằm mục đích giới hạn, polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có thể được sử dụng nằm trong khoảng từ khoảng 0,1 đến khoảng 5% khối lượng, hoặc nằm trong khoảng từ khoảng 0,1 đến khoảng 3% khối lượng, hoặc từ khoảng 0,2 đến khoảng 3% khối lượng, hoặc từ khoảng 1% khối lượng đến khoảng 3% khối lượng của tổng chế phẩm bảo vệ dạng nước.

Các ví dụ sau minh họa sáng chế, các phần và các tỷ lệ phần trăm là theo khối lượng, trừ khi có chỉ dẫn khác. Mỗi ví dụ được đưa ra nhằm giải thích sáng chế chứ không nhằm giới hạn sáng chế. Trên thực tế, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ thấy rõ rằng các cải biến và biến thể khác nhau có thể được tạo ra trong sáng chế nhưng không vượt quá phạm vi hoặc ý tưởng của sáng chế. Ví dụ, các dấu hiệu được thể hiện hoặc được mô tả như một phần của một phương án có thể được sử dụng

trong một phương án khác để tạo ra phương án thực hiện khác nữa. Vì vậy, dự định rằng sáng chế bao trùm cả các cải biến và biến thể đó như trong phạm vi của yêu cầu bảo hộ kèm theo và các dạng tương đương của chúng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Điều chế polyme rắn

Trong các ví dụ, các từ viết tắt sau được sử dụng:

PEG: Polyetylen glycol

NaOH: Natri hydroxit

C10 Br: 1-Bromodecan

C12 Br: 1-Bromododecan

C14 Br: 1-Bromotetradecan

C16 Br: 1-Bromohexadecan

M_n : Khối lượng phân tử trung bình số

M_w : Khối lượng phân tử trung bình khối

M_z : Khối lượng phân tử trung bình Z

Ví dụ 1: Điều chế các polyme rắn A và C-N

Thiết bị phản ứng được nạp PEG và NaOH. Các chất của thiết bị phản ứng được trộn trong thời gian TIME1 trong chân không 29 inHg (736,6 mm) Hg đồng thời nhiệt độ được tăng lên đến TEMP1. Chân không được tắt đi và nhiệt độ được điều chỉnh đến TEMP2. Nước được bổ sung vào và các chất của thiết bị phản ứng được trộn trong TIME2. Nhiệt độ được điều chỉnh đến TEMP3 và alkyl halogenua được bổ sung vào theo một phần. Nhiệt độ được điều chỉnh đến TEMP4. Ngay khi ở TEMP4, các chất của thiết bị phản ứng được trộn trong TIME3. Các chất của thiết bị phản ứng được trộn trong TIME4 ở TEMP4 dưới áp suất 29 inHg (736,6 mm) Hg để chế tạo các polyme A, D, và H-K. Không áp dụng chân không để chế tạo các polyme C, E, F, G và L-N. Các chất của thiết bị phản ứng được xả ra và được để nguội đến 20-25°C để thu được các polyme rắn A và C-N. Bảng 1 liệt kê các lượng của các chất phản ứng và bảng 2 liệt kê các điều kiện phản ứng để chế tạo các polyme rắn A và C-N, trong đó đơn vị đối với TIME là phút và đối với TEMP là độ Celsius.

Bảng 1: Các thành phần để điều chế polyme rắn

Polyme	Mô tả	PEG M _n	PEG M _w	PEG (g)	Nước (g)	NaOH (g)	C10 Br (g)	C12 Br (g)	C14 Br (g)	C16 Br (g)
A	C12 6K PEG	5.510	5.710	1.200	2,71	74,92	----	186,70	----	----
C	C12 9K PEG	8.270	8.600	1.350	1,48	49,00	----	126,00	----	----
D	C12 9K PEG	8.143	8.510	1.350	0,90	33,15	----	130,00	----	----
E	C12 9K PEG	8.143	8.510	1.350	1,50	49,75	----	136,50	----	----
F	C12 9K PEG	8.270	8.600	1.350	1,48	49,00	----	132,50	----	----
G	C12 9K PEG	8.270	8.600	1.350	1,48	49,00	----	134,00	----	----
H	C12 9K PEG	8.270	8.600	1.350	2,04	56,15	----	140,00	----	----
I	C10 9K PEG	8.270	8.600	1.350	2,03	56,15	124,50	----	----	----
J	C12 20K PEG	18.100	19.100	1.200	1,94	22,80	----	56,90	----	----
K	C12 30K PEG	28.700	30.600	1.200	1,80	14,33	----	42,00	----	----
L	C12 30K PEG	28.700	30.600	1.200	1,80	14,21	----	30,00	----	----
M	C10 30K PEG	28.700	30.600	1.200	1,80	14,33	37,30	----	----	----
N	C12 30K PEG	29.900	32.100	1.145	1,65	13,02	----	24,9	----	----
O	C14 9K PEG	7.610	8.030	1.350	2,24	53,20	----	----	175,00	----
P	C14 9K PEG	7.610	8.030	1.350	2,24	53,20	----	----	165,00	----
Q	C14 9K PEG	7.610	8.030	1.350	2,24	53,20	----	----	160,00	----
R	C16 30K PEG	27.100	30.600	1.200	1,80	15,06	----	----	----	35,00
S	C16 30K PEG	27.100	30.600	1.200	1,80	15,06	----	----	----	38,50
T	C16 30K PEG	27.100	30.600	1.200	1,80	15,06	----	----	----	42,00

Bảng 2: Các điều kiện phản ứng để điều chế polyme

Polyme	TIME1	TIME2	TIME3	TIME4	TEMP1	TEMP2	TEMP3	TEMP4
A	30	45	130	80	80,0	80,0	79,0	120,0
C	30	17	120	----	90,0	90,0	90,0	120,0
D	30	35	65	70	80,0	80,0	80,0	120,0
E	30	35	60	30	95,0	95,0	96,0	120,0
F	33	18	120	----	90,0	90,0	90,0	120,0
G	43	16	120	----	90,0	90,0	90,0	120,0
H	40	20	90	60	90,0	91,0	91,0	120,0
I	40	15	90	75	90,0	90,0	90,0	120,0
J	50	20	90	65	90,0	89,0	90,0	120,0
K	30	30	90	60	90,0	88,0	91,0	120,0
L	50	20	120	----	91,0	91,0	91,0	120,0
M	48	15	120	----	90,0	92,0	91,0	120,0
N	40	25	125	----	90,0	88,0	89,0	120,0
O	30	10	120	30	90,0-93,0	90,0	90,0	120,0
P	40	10	120	30	90,0	90,0	90,0	120,0
Q	30	10	155	30	90,0-103,0	89,0	90,0	120,0-121,0
R	40	20	150	----	91,0-93,0	93,0	92,0	120,0
S	45	20	150	----	89,0-92,0	92,0	92,0	119,0-121,0
T	45	15	150	----	90,0-91,0	91,0	91,0	120,0

Ví dụ 2: Điều chế polyme rắn B

Thiết bị phản ứng được nạp 2.700 g C12 9K PEG và 98 g NaOH. Các chất của thiết bị phản ứng được trộn trong khoảng 37 phút trong chân không là 29 inơ (736,6 mm) Hg đồng thời nhiệt độ được tăng lên đến khoảng 90°C. Chân không được tắt đi và nhiệt độ được điều chỉnh đến khoảng 90°C. 2,95 g nước được bổ sung vào và các chất

của thiết bị phản ứng được trộn trong khoảng 17 phút. Nhiệt độ được điều chỉnh đến khoảng 90°C và 268,5 g C12 Br được bổ sung vào trong 30 phút đồng thời điều chỉnh nhiệt độ đến khoảng 120°C. Ngay khi ở 120°C, các chất của thiết bị phản ứng được trộn trong khoảng 60 phút. Các chất của thiết bị phản ứng được xả ra và được để nguội đến 20-25°C để thu được polyme rắn B.

Ví dụ 3: Điều chế các polyme rắn O-T

Thiết bị phản ứng được nạp PEG và NaOH. Các chất của thiết bị phản ứng được trộn trong thời gian TIME1 trong chân không 29 inơ (736,6 mm) Hg đồng thời nhiệt độ được tăng lên đến TEMP1. Chân không được tắt đi và nhiệt độ được điều chỉnh đến TEMP2. Nước được bổ sung vào và các chất của thiết bị phản ứng được trộn trong TIME2. Nhiệt độ được điều chỉnh đến TEMP3 và alkyl halogenua được bổ sung vào trong 30-40 phút. Nhiệt độ được điều chỉnh đến TEMP4. Ngay khi ở TEMP4, các chất của thiết bị phản ứng được trộn trong TIME3. Các chất của thiết bị phản ứng được trộn trong TIME4 ở TEMP4 dưới áp suất 29 inơ (736,6 mm) Hg để chế tạo các polyme O-Q. Không áp dụng chân không để chế tạo các polyme R-T. Các chất của thiết bị phản ứng được xả ra và được để nguội đến 20-25°C để thu được các polyme rắn O-T. Bảng 1 liệt kê các lượng của các chất phản ứng và bảng 2 liệt kê các điều kiện phản ứng để chế tạo các polyme rắn O-T, trong đó đơn vị đối với TIME là phút và đối với TEMP là độ Celsius.

Mô tả đặc điểm của các polyme rắn

Phép đo sắc ký lỏng cao áp (High Pressure Liquid Chromatography - HPLC):

HPLC được sử dụng để xác định mức độ gắn mũ kỵ nước ở đầu. Hệ sắc ký lỏng bốn kênh dòng máy Agilent 1200 (Agilent 1200 Series Quaternary LC System) và hệ thống dữ liệu sắc ký OpenLAB, có bán trên thị trường từ Agilent Technologies (Santa Clara, CA), được sử dụng dưới các điều kiện pha đảo với gradien nước/ axetonitril và sự dò tán xạ ánh sáng bay hơi (evaporative light scattering detection - ELSD). Polyetylen glycol (PEG), PEG được gắn mũ một đầu và PEG được gắn mũ hai đầu được ước tính bằng phần trăm diện tích được chuẩn hóa.

Các chất phản ứng:

1. Nước đã khử ion, độ tinh khiết cao - 18 mega ôm từ hệ thống tinh chế nước trong phòng thí nghiệm.
2. Axetonitril loại HPLC Burdick & Jackson, có thể mua được từ Honeywell Burdick & Jackson, 101 Columbia Road, Morristown, NJ 07962, Cat. No. 015-4.
3. Axit phosphoric, 85%, loại chất phản ứng ACS (H_3PO_4 , CAS 7664-38-2) – www.sigmaaldrich.com, Cat. No. 466123 hoặc tương đương.
4. Metanol loại HPLC Burdick & Jackson, có thể mua được từ Honeywell Burdick & Jackson, 101 Columbia Road, Morristown, NJ 07962, Cat. No. 230-4.

Chuẩn bị mẫu:

Các mẫu được chuẩn bị bằng cách cân ~100 mg mẫu polyme. Metanol HPLC (trên danh nghĩa 10 ml) và 2 giọt axit phosphoric đặc được bổ sung vào. Các mẫu được lắc và/hoặc làm nóng nhẹ (~50°C) cho đến khi được hòa tan trong dung dịch.

Cài đặt thiết bị - Tất cả các môđun Agilent trong cài đặt bao gồm:

Thiết bị tách khí chân không dòng máy Agilent G1322A 1200

Bơm bốn kênh dòng máy Agilent G1311A 1200

Thiết bị lấy mẫu tự động chuẩn dòng máy Agilent G1329A 1200

Buồng điều nhiệt cột dòng máy Agilent G1316A 1200

ELSD Agilent G7102A 1290 Infinity II

Hệ thống dữ liệu sắc ký Agilent OpenLAB

Các điều kiện phân tích đối với HPLC được mô tả như sau:

Pha động – gradien nước/axetonitril

Tốc độ dòng – 0,5 ml/phút

Cột – 4,0 x 50 mm, 3 micron YMC-Pack Ph, Part No. PH12S03-0504WT (YMC America, Allentown, PA)

Nhiệt độ cột – 40°C

Nồng độ mẫu - thông thường 10 mg/ml – được hòa tan trong metanol được axit hóa

Thể tích tiêm - 10 μl

Việc gắn mũ ở đầu được báo cáo dưới dạng phần trăm diện tích được chuẩn hóa của các pic PEG, PEG được gắn mũ một đầu và PEG được gắn mũ hai đầu.

Phép đo sắc ký loại cỡ (Size Exclusion Chromatography - SEC)

SEC được sử dụng để đo sự phân bố khối lượng phân tử của polyme. Hệ thống HPLC Alliance™ và hệ thống dữ liệu sắc ký Empower™, có bán trên thị trường từ Waters Corporation (Milford, MA) được sử dụng để đo khối lượng phân tử. Như được sử dụng trong bản mô tả này liên quan đến các polyme, các thuật ngữ khối lượng phân tử, khối lượng phân tử trung bình cộng, khối lượng phân tử trung bình, và khối lượng phân tử biểu kiến chỉ số trung bình cộng của khối lượng phân tử của các đại phân tử riêng rẽ như được đo bằng SEC. Trung bình cộng khối lượng phân tử tương đối từ SEC được tính so với các chuẩn poly(etylen glycol/etylen oxit) (PEG/PEO) với sự phân bố khối lượng phân tử hẹp.

Cài đặt thiết bị - Tất cả các mô đun Waters trong cài đặt bao gồm:

Hệ thống phân phối dung môi Waters M515

Thiết bị lấy mẫu tự động Waters M2707

Bộ dò chỉ số khúc xạ vi sai Waters M2414 (differential refractive index - DRI) đối với SEC tương đối

(Các) ngân hàng cột - xem các chi tiết trong phần “Các điều kiện phân tích” dưới đây

Phần mềm Waters Empower™ 3

Khoảng RI từ 1,00 đến 1,75 RIU

Khoảng đo 7×10^{-7} RIU

Độ lệch – 2×10^{-7} RIU

Các điều kiện phân tích đối với SEC được mô tả như sau:

Pha động - 70% Metanol / 30% 0,6M Lithi axetat (độ pH 4,8) (khối lượng/khối lượng)

Tốc độ dòng - 1,0 ml/mi

Các cột - cột protein 1 Shodex KW-804 (8 mm x 300 mm) + cột protein 1 Shodex KW-803 (8 mm x 300 mm) nối tiếp (Showa Denko America, Inc., 420 Lexington Avenue, Suite 2335A, New York, NY 10170, USA)

Nhiệt độ cột 40°C

Nhiệt độ bộ dò DRI (chỉ số khúc xạ vi sai) 40°C

Sự hiệu chỉnh - các chuẩn PEO/PEG với sự phân bố khối lượng phân tử hẹp (PSS-USA, Inc. Amherst Fields Research Park, 160 Old Farm Road, Amherst, MA 01002)

Nồng độ mẫu - thông thường 1,5 mg/ml (trừ khi có lưu ý khác) – được hòa tan trực tiếp vào trong pha động

Thể tích tiêm - 100 μ l

Bảng 3 liệt kê dữ liệu mô tả đặc điểm của các polyme rắn A-N.

Bảng 4 liệt kê dữ liệu mô tả đặc điểm của các polyme rắn O-T.

Bảng 3: Tóm tắt phân tích polyme

Polyme	Nhóm ky nước	SEC M_n	SEC M_w	SEC M_z	HPLC gắn mũ một đầu (%)	HPLC gắn mũ hai đầu (%)	Ef
A	<i>n</i> -dodexyl	5.650	5.970	6.220	5,75	94,25	17
B	<i>n</i> -dodexyl	8.540	8.910	9.180	2,15	97,85	61
C	<i>n</i> -dodexyl	7.620	8.540	9.040	39,48	59,91	27
D	<i>n</i> -dodexyl	8.360	8.740	9.000	35,82	62,50	37
E	<i>n</i> -dodexyl	8.280	8.720	8.980	10,52	89,47	51
F	<i>n</i> -dodexyl	8.280	8.690	8.960	41,55	57,66	33
G	<i>n</i> -dodexyl	8.530	8.870	9.110	35,37	64,18	40
H	<i>n</i> -dodexyl	8.450	8.840	9.100	8,66	91,33	55
I	<i>n</i> -dexyl	8.420	8.840	9.100	5,22	94,78	57
J	<i>n</i> -dodexyl	18.300	19.600	20.400	5,04	94,96	582
K	<i>n</i> -dodexyl	27.400	30.400	31.900	2,95	97,05	1.996
L	<i>n</i> -dodexyl	30.200	32.100	33.400	25,82	74,00	2.038
M	<i>n</i> -dexyl	28.600	31.000	32.400	0,96	99,04	2.317
N	<i>n</i> -dodexyl	30.400	32.200	33.200	44,07	54,00	1.517

Bảng 4: Tóm tắt phân tích polyme

Polyme	Nhóm ky nước	SEC M_n	SEC M_w	SEC M_z	HPLC gắn mũ một đầu (%)	HPLC gắn mũ hai đầu (%)
O	<i>n</i> -tetradexyl	7.930	8.350	8.680	8,33	91,67
P	<i>n</i> -tetradexyl	7.610	8.180	8.560	33,06	66,94
Q	<i>n</i> -tetradexyl	7.510	9.280	8.760	47,98	51,60
R	<i>n</i> -hexadexyl	27.200	30.700	32.300	29,37	69,88
S	<i>n</i> -hexadexyl	26.400	29.300	30.900	13,72	86,16
T	<i>n</i> -hexadexyl	2.5100	28.900	30.500	5,17	94,83

Các dung dịch polyme dạng nước

Các dung dịch polyme dạng nước có 20,00% khối lượng các polyme rắn được điều chế bằng cách trung hòa các polyme thu được từ các ví dụ 1 và 2 trong nước bằng cách sử dụng axit axetic. Sau khi trung hòa, 0,50% khối lượng chất diệt sinh vật Acticide MBS® (hỗn hợp gồm 1,2-benzisothiazolin-3-on (2,50%) và 2-metyl-4-isothiazolin-3-on (2,50%), có bán trên thị trường từ Thor Group Limited); các lượng khác nhau của

chất kiểm soát bột Sag* 47, có bán trên thị trường từ Momentiv Performance Materials, và beta cyclodextrin (còn được gọi là CAVAMAX® W7), có bán trên thị trường từ Wacker Fine Chemicals, được bổ sung vào mỗi dung dịch polyme dạng nước để thu được dung dịch polyme dạng nước có 20,00% khối lượng polyme rắn. Các độ nhớt của các dung dịch polyme dạng nước có 20,00% khối lượng polyme rắn được đo bằng cách sử dụng nhớt kế Brookfield với kim đo LV #4 ở 30 vòng/phút và 25°C. Các lượng của Sag* 47, beta cyclodextrin, và các độ nhớt Brookfield được liệt kê trong bảng 5.

Các dung dịch polyme dạng nước có 20,00% khối lượng các polyme rắn được điều chế bằng cách trung hòa các polyme thu được từ ví dụ 3 trong nước bằng cách sử dụng axit axetic. Sau khi trung hòa, 0,50% khối lượng chất diệt sinh vật Acticide MBS® hoặc tổ hợp của 0,10% chất diệt sinh vật Vantocil 1B®, có bán trên thị trường từ Lonza Group, và 0,02% chất diệt sinh vật Biosperse CN7539, có bán trên thị trường từ Solenis được bổ sung vào. Ngoài ra, 0,04% khối lượng chất kiểm soát bột Drewplus™ L-1513, có bán trên thị trường từ Ashland, hoặc 0,04% khối lượng chất kiểm soát bột Sag* 47 được bổ sung vào. Trong một số trường hợp, methyl beta cyclodextrin (còn được gọi là CAVOSOL® W7 M TL), có bán trên thị trường từ Wacker Fine Chemicals, được bổ sung vào dung dịch polyme dạng nước để thu được dung dịch polyme dạng nước có 20,00% khối lượng polyme rắn. Các độ nhớt của các dung dịch polyme dạng nước có 20,00% khối lượng polyme rắn được đo bằng cách sử dụng nhớt kế Brookfield với kim đo LV #3 hoặc #4 ở 30 vòng/phút và 25°C. Các lượng của Sag* 47, Drewplus™ L1513, methyl beta cyclodextrin, Acticide MBS®, Vantocil 1B®, Biosperse CN 7539, các độ nhớt Brookfield, và các kim đo LV được sử dụng được liệt kê trong bảng 6.

Bảng 5: Dung dịch polyme dạng nước

Dung dịch polyme	Polyme rắn	Sag* 47 (% khối lượng)	Beta cyclodextrin (% khối lượng)	Độ nhớt Brookfield (mPa.s)
1	A	0,04	----	8.660
2	B	0,04	0,20	6.060
3	C	0,08	----	2.810
4	D	0,08	----	1.756
5	E	0,08	----	5.460
6	F	0,08	----	2.600
7	G	0,08	----	3.760
8	H	0,08	0,20	7.080
9	I	0,08	----	431
10	J	0,04	----	4.620

11	K	0,08	----	4.180
12	L	0,04	----	3.140
13	M	0,08	----	468
14	N	0,04	----	2.320

Bảng 6: Dung dịch polyme dạng nước

Dung dịch polyme	Polyme rắn	Sag* 47 (% khối lượng)	Drewplus L1513 (% khối lượng)	Metyl beta xyclodextrin (% khối lượng)	Acticide MBS® (% khối lượng)	Vantocil 1B® (% khối lượng)	Biosperse CN 7539 (% khối lượng)	Độ nhớt Brookfield (mPa.s)	Nhớt kế Brookfield kim đo LV
15	O	----	0,04	1,50	0,50	----	----	7.160	4
16	P	----	0,04	1,50	0,50	----	----	6.580	4
17	Q	----	0,04	1,50	0,50	----	----	3.320	4
18	R	0,04	----	1,31	----	0,10	0,02	1.660	3
19	S	0,04	----	1,31	----	0,10	0,02	2.520	4
20	T	0,04	----	1,31	----	0,10	0,02	3.200	4

Các ứng dụng phụ

Bảng 7A và bảng 7B lần lượt liệt kê chế phẩm nghiền và chế phẩm pha loãng và hoàn thiện.

Bảng 7A: Chế phẩm nghiền

Tên chung/Tên thương mại	Lượng	
	Lbs	Gal
Nước	151,20	18,15
Nuosept™ 498G	0,21	0,13
Amoni Hydroxit (28%)	1,50	0,17
Tamol™ 731A	8,00	0,87
Dextrol™ OC-180 HS	2,00	0,22
Drewplus™ T-4304	3,00	0,38
Strodex™ PK-95G	2,00	0,22
Ti-Pure™ R-706	250,00	7,51
Minex® 7	15,00	0,69
Min-U-gel® 400	1,75	0,06

Nuosept™ 498G: 1,2-benzisothiazolin-3-on, có bán trên thị trường từ Ashland Inc.

Tamol™ 731A: Muối natri của copolyme anhydrit maleic, có bán trên thị trường từ The Dow Chemical Company.

Dextrol™ OC-180 HS: Dạng được trung hòa (muối kali) của phosphat este của rượu béo được etoxyl hóa, có bán trên thị trường từ Ashland Inc.

Drewplus™ T-4304: Chất khử bọt, có bán trên thị trường từ Ashland Inc.

Strodex™ PK-95G: Dạng được trung hòa (muối kali) của phosphat coeste của rượu béo, có bán trên thị trường từ Ashland Inc.

Ti-Pure™ R-706: Titan dioxit, có bán trên thị trường từ Chemours Titanium Technologies.

Minex® 7: Chất độn chức năng được micron hóa có kích thước hạt trung bình là 3,5 micron, có bán trên thị trường từ The Cary Company.

Min-U-gel® 400: Magie nhôm silicat chứa nước, có bán trên thị trường từ Active Minerals International, LLC.

Bảng 7B: Chế phẩm pha loãng và hoàn thiện

Tên chung/Tên thương mại	Lượng	
	Lbs	Gal
Rhoplex™ VSR-1050	500,00	56,56
Optifilm™ Enhancer 400	8,00	0,99
Drewplus™ T-4304	2,00	0,25
Polyphase® 678	3,00	0,31

Rhoplex™ VSR-1050: Nhũ tương acrylic, có bán trên thị trường từ The Dow Chemical Company.

Optifilm™ Enhancer 400: chất kết tụ, có bán trên thị trường từ Eastman Chemical Company.

Polyphase® 678: chất diệt nấm, có bán trên thị trường từ Troy Corporation.

Phép đo hiệu quả làm đặc

Hiệu quả làm đặc được đo bằng cách bổ sung 5,3 g nước và 2,0 g các dung dịch polyme dạng nước được liệt kê trong bảng 5 vào trong 66,4 g sơn nền thu được bằng cách trộn các chế phẩm được liệt kê trong các bảng 7A và 7B. Hiệu quả làm đặc được đo bằng độ nhớt Brookfield, độ nhớt Stormer (KU) và độ nhớt ICI như được mô tả dưới đây. Các kết quả được liệt kê trong bảng 8.

Độ nhớt Brookfield được đo bằng cách sử dụng nhớt kế Brookfield với kim đo #5 ở 30 vòng/phút và 25°C. Nó được biểu thị theo mPa.s.

Độ nhớt Stormer được đo bằng cách sử dụng nhớt kế Stormer theo phương pháp thử nghiệm chuẩn ASTM D562. Nó được biểu thị theo đơn vị Kreb (Kreb Unit - KU).

Độ nhớt ICI được đo bằng cách sử dụng nhớt kế côn và đĩa ICI theo phương pháp thử nghiệm chuẩn ASTM D4287. Nó được biểu thị theo mPa.s.

Bảng 8: Hiệu quả làm đặc của các dung dịch polyme dạng nước

Dung dịch từ polyme	Độ nhớt Brookfield (mPa.s)	Độ nhớt Stormer (KU)	Độ nhớt ICI (mPa.s)
1	12240	137	103,3
2	9933	130	143,1
3	4427	103	77,9
4	3080	95	65,8
5	9000	127	127,9
6	3880	101	74,8
7	5053	108	82,9
8	9693	131	134,8
9	3880	92	71,7
10	3547	96	151,0
11	1707	86	150,2
12	1387	78	12,4
13	347	52	48,1
14	787	68	93,3

Hiệu quả của các lớp phủ

Aquaflow™ XLS 530 (liên kết tổng hợp không ion không chứa dung môi, có bán trên thị trường từ Ashland LLC.) và mỗi dung dịch polyme dạng nước có 20% khối lượng các polyme rắn được liệt kê trong bảng 5 cùng với nước được bổ sung vào trong chế phẩm pha loãng và hoàn thiện trong bảng 7B. Sau đó, các lớp phủ được tạo ra bằng cách trộn các chế phẩm nghiền và chế phẩm pha loãng và hoàn thiện. Các liều lượng của Aquaflow™ XLS 530, mỗi dung dịch polyme dạng nước có 20% khối lượng các polyme rắn và nước được điều chỉnh để đạt được độ nhớt Stormer nằm trong khoảng từ 100 đến 125 đơn vị KU và độ nhớt ICI nằm trong khoảng từ 95 đến 150 mPa.s để đo hiệu quả của các lớp phủ được mô tả dưới đây. Các kết quả được liệt kê trong bảng 9.

Tính chịu lún được đo trên biểu đồ Leneta theo phương pháp thử nghiệm chuẩn ASTM D4400 bằng cách sử dụng cột khoảng giữa. Độ dày màng ướt (Wet film thickness - WFT) tính theo mil, mà trị số này sự lún xảy ra, được đo.

Sự san bằng được đo theo phương pháp thử nghiệm chuẩn ASTM D4062 trên thang 0-10; 0=xấu nhất và 10=tốt nhất.

Độ bóng được đo bằng cách sử dụng máy đo BYK Gardner Micro-Tri-Gloss theo ASTM D523. Độ bóng ở 60° được báo cáo.

Độ che giấu bên trong của sơn được ghi lại xét về mặt tỷ lệ tương phản (contrast ratio - CR) mà được đo trên dạng biểu đồ Leneta # 3B. Sơn có độ dày màng ướt 3mil được áp dụng lên dạng biểu đồ Leneta #3B. Tỷ lệ tương phản là tỷ lệ của độ phản xạ của bề mặt của màng sơn khô được phủ lên trên nền màu đen (Y_b) so với nền màu trắng (Y_w). Tỷ lệ tương phản cao hơn chứng tỏ độ đục cao hơn và khả năng che giấu của sơn cao hơn.

Bảng 9: Các đặc tính ứng dụng của sơn

Dung dịch từ polyme	Độ lún	mức	Độ bóng ở 60°	Độ che giấu bên trong
1	24	2	42,6	0,977
2	24	3	43,2	0,971
3	24	5	43,9	0,980
4	18	9	45,2	0,981
5	24	4	42,7	0,979
6	24	4	43,7	0,986
7	24	4	44,6	0,980
8	24	3	51,9	0,975
9	24	5	44,2	0,981
10	24	4	43,9	0,977
11	16	9	42,3	0,979
12	18	9	48,5	0,978
13	24	9	44,1	0,984
14	18	9	51,5	0,974

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm hòa tan được hoặc phân tán được trong nước chứa polyalkylen glycol được biến đổi kỵ nước có các nhóm kỵ nước được gắn mũ một và hai đầu, trong đó các nhóm kỵ nước được gắn mũ hai đầu chiếm ít nhất 50% khối lượng tính theo tổng khối lượng của các nhóm kỵ nước được gắn mũ ở đầu, và trong đó nhóm kỵ nước được chọn từ nhóm bao gồm các nhóm alkyl, alkenyl, aryl, alkylaryl, arylalkyl, arylalkenyl, vòng, vòng béo, và đa vòng, được thế hoặc không được thế, tùy ý có ít nhất một nguyên tử khác loại.
2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó các nhóm kỵ nước được gắn mũ hai đầu chiếm (i) ít nhất 60% khối lượng tính theo tổng khối lượng của các nhóm kỵ nước được gắn mũ ở đầu, hoặc (ii) ít nhất 65% khối lượng tính theo tổng khối lượng của các nhóm kỵ nước được gắn mũ ở đầu, hoặc (iii) ít nhất từ 70% đến 98% khối lượng tính theo tổng khối lượng của các nhóm kỵ nước được gắn mũ ở đầu.
3. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó polyalkylen glycol được chọn từ nhóm bao gồm polyetylen glycol, polypropylen glycol, poly(etylen glycol-propylen glycol), polybutylen glycol, polytetrahydrofuran và các tổ hợp của chúng.
4. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó nhóm alkyl có mạch thẳng hoặc mạch nhánh và chứa 4 đến 24 nguyên tử cacbon, hoặc 6 đến 20 nguyên tử cacbon, hoặc 8 đến 16 nguyên tử cacbon.
5. Chế phẩm theo điểm 3, trong đó polyalkylen glycol có khối lượng phân tử trung bình khối nằm trong khoảng từ khoảng 400 đến 60.000 Dalton, hoặc nằm trong khoảng từ 1.000 đến 50.000 Dalton, hoặc nằm trong khoảng từ khoảng 3.000 đến 35.000 Dalton, hoặc nằm trong khoảng từ khoảng 6.000 đến 30.000 Dalton, hoặc nằm trong khoảng từ khoảng 9.000 đến 30.000 Dalton.
6. Chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước chứa chế phẩm hòa tan được hoặc phân tán được trong nước theo điểm 1.

7. Chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước theo điểm 6, trong đó chế phẩm này còn chứa polyme latex được chọn từ nhóm bao gồm các polyme vinyl axetat etylen, acrylic, vinyl-acrylic và styren-acrylic.
8. Chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước theo điểm 6, trong đó chế phẩm này còn chứa chất màu được chọn từ nhóm bao gồm nhôm oxit được hydrat hóa, bari sulfat, canxi silicat, đất sét, silic dioxit, bột talc, titan dioxit, kẽm oxit, và hỗn hợp của chúng.
9. Chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước theo điểm 6, trong đó chế phẩm này còn chứa một hoặc nhiều chất trong số chất kết tụ, dung môi, chất thấm ướt, chất khử bọt, chất ghép đôi, chất phân tán, chất làm đặc, chất diệt sinh vật, chất diệt nấm mốc, hoặc chất hoạt động bề mặt.
10. Chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước theo điểm 6, trong đó chế phẩm này chứa chế phẩm theo điểm 1 với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 0,5% khối lượng đến khoảng 4% khối lượng.
11. Chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước theo điểm 6, trong đó chế phẩm bảo vệ dạng nước này bao gồm sơn.
12. Phương pháp sản xuất chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước bao gồm:
 - (a) bổ sung polyme latex vào dung dịch nước; và
 - (b) bổ sung chế phẩm hoàn tan được hoặc phân tán được trong nước theo điểm 1 vào dung dịch nước để tạo ra chế phẩm phủ bảo vệ dạng nước.
13. Phương pháp theo điểm 12, trong đó chế phẩm được bổ sung vào dung dịch nước trước hoặc sau khi polyme latex được bổ sung vào dung dịch nước.
14. Phương pháp theo điểm 12, trong đó chế phẩm được bổ sung vào dung dịch nước tại cùng thời điểm polyme latex được bổ sung vào dung dịch nước.
15. Phương pháp theo điểm 12, trong đó chế phẩm bảo vệ dạng nước bao gồm sơn.

1/3

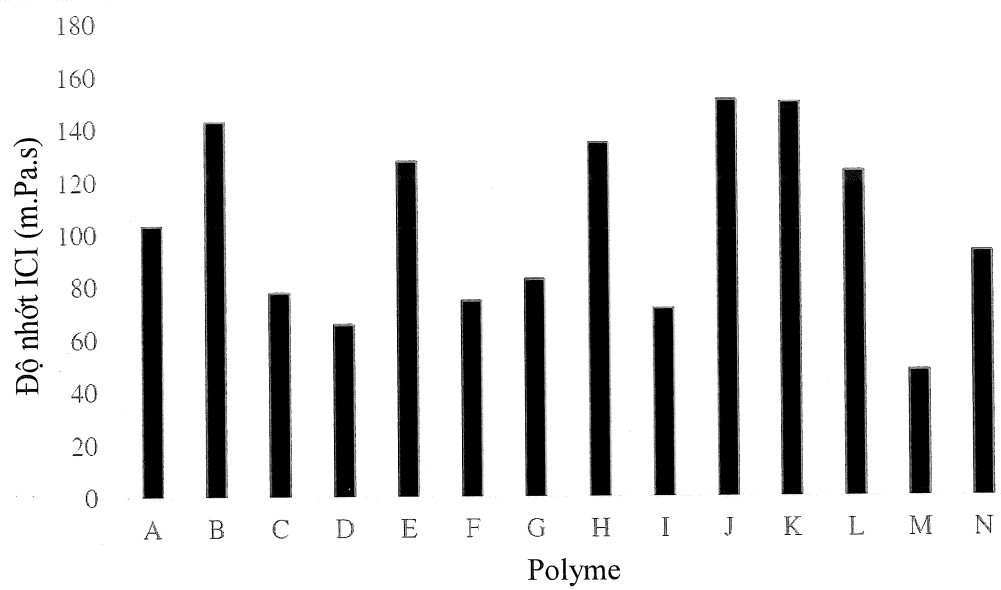


Fig. 1

2/3

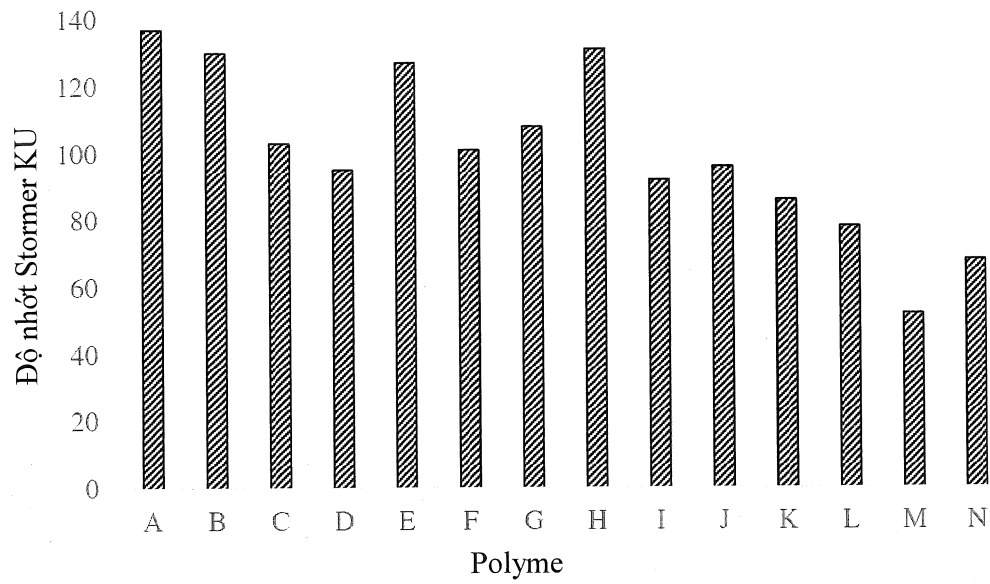


Fig. 2

3/3

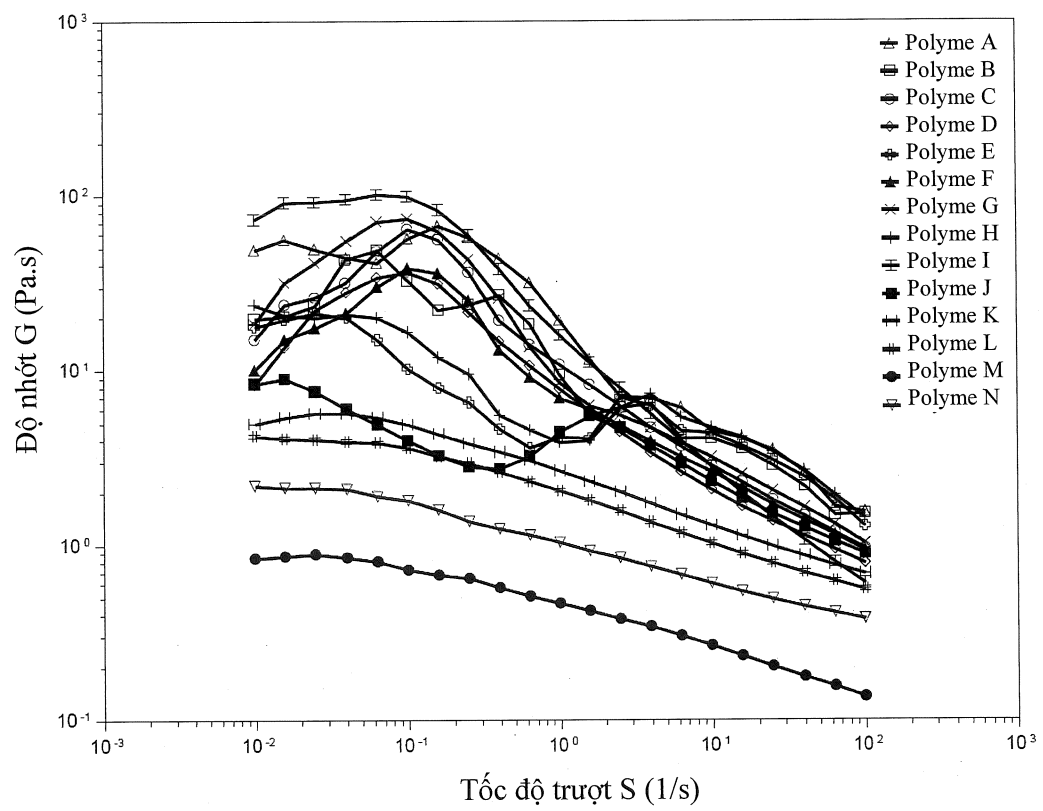


Fig. 3