



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
1-0048482
(51)^{2020.01} C08F 290/06; C09D 167/07; C08G (13) B
63/91

(21) 1-2022-00351 (22) 29/07/2020
(86) PCT/EP2020/071359 29/07/2020 (87) WO2021/018946 A1 04/02/2021
(30) PCT/CN2019/098827 01/08/2019 CN; 19205626.5 28/10/2019 EP
(45) 25/07/2025 448 (43) 27/06/2022 411A
(73) AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL B.V. (NL)
Christian Neefestraat 2, 1077 WW Amsterdam, Netherlands
(72) WANG, Jianhui (CN); XU, Zhenglin (CN); LIN, Hong (SG).
(74) Công ty TNHH Tư vấn sở hữu trí tuệ Việt (VIET IP CO.,LTD.)

(54) THẺ PHÂN TÁN, CHẾ PHẨM PHỦ TRONG NƯỚC CÓ THỂ ĐÓNG RẮN BẰNG
TIA CỰC TÍM CHO LỚP PHỦ DỄ LÀM SẠCH, PHƯƠNG PHÁP PHỦ NỀN VÀ
NỀN ĐƯỢC PHỦ VỚI CHẾ PHẨM NÀY

(21) 1-2022-00351

(57) Sáng chế liên quan đến thể phân tán trong nước của polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl chứa khối perfloropolyete được điều chế bởi các bước sau đây: a) đưa perfloropolyete có đầu cuối cacboxyl C vào phản ứng với hợp chất có nhóm chức epoxy chưa bão hòa kiểu etylen D với sự có mặt của hợp chất E, là axit hoặc anhydrit cacboxylic với số nhóm chức ít nhất là 2, để thu được polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl F, b) trung hòa polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl F với chất trung hòa G và phân tán nó trong nước. Thể phân tán này có thể được sử dụng để điều chế chế phẩm phủ trong nước, có thể đóng rắn bằng tia cực tím và được sử dụng để tạo thành lớp phủ dễ làm sạch cho nhiều nền khác nhau. Sáng chế còn liên quan đến phương pháp phủ nền và nền được phủ bằng cách sử dụng chế phẩm này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến thể phân tán trong nước của polyeste chưa bão hòa và chế phẩm phủ trong nước có thể đóng rắn bằng tia cực tím chứa thể phân tán này. Chế phẩm phủ này có thể được sử dụng để tạo ra lớp phủ dễ làm sạch, đặc biệt hữu dụng trong lĩnh vực hàng điện tử tiêu dùng hoặc nội thất ô tô.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong lĩnh vực thiết bị điện tử tiêu dùng chẳng hạn như điện thoại di động, máy tính bảng, máy tính xách tay, và nội thất ô tô có nhiều nền khác nhau được sử dụng, chẳng hạn như chất dẻo, kim loại và thủy tinh. Người ta thường muốn bao phủ các nền này với lớp phủ dễ làm sạch và chống vết bẩn. Dễ làm sạch có nghĩa là bề mặt không thấm nước, dầu và/hoặc bụi bẩn. Lớp phủ dễ làm sạch giảm hoặc loại trừ nhu cầu làm sạch bề mặt.

Đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế là các polyme flo hóa, cụ thể là, perfloropolyete (PFPE), có các tính chất chống dính và bôi trơn và có thể được sử dụng để tạo ra lớp phủ dễ làm sạch. Tuy nhiên, loại nhựa này chỉ tan trong dung môi flo hóa và do đó khó sử dụng trong các chế phẩm phủ nếu không dùng những dung môi đặc biệt. Vấn đề còn lớn hơn nữa khi người ta muốn sử dụng nhựa này trong chế phẩm phủ gốc nước, vì nhựa flo hóa thường không phân tán tốt trong nước. Do đó, cải thiện tính chất dễ làm sạch thường đi kèm với làm giảm khả năng phân tán trong nước. Kết quả là, hầu hết các lớp phủ dễ làm sạch thường là gốc dung môi.

Công bố đơn quốc tế WO 2019/129691 bộc lộ nhựa polyeste được biến tính với perfloropolyete. Polyme này chứa cả các nhóm hydroxyl và lẫn các liên kết chưa bão hòa và có thể được đóng rắn bằng cả bức xạ cực tím lẫn chất đóng rắn. Polyme này đặc biệt hữu dụng trong việc tạo ra các lớp phủ có các đặc tính chống vết bẩn, chống vân tay và chống xước.

Có nhu cầu đối với các chế phẩm phủ dễ làm sạch, ưu tiên hơn là chế phẩm phủ gốc nước. Người ta cũng muốn các lớp phủ bền và có thể chịu mài mòn. Người ta còn muốn lớp phủ bám dính tốt vào nền được sử dụng trong các ngành điện tử tiêu dùng hoặc ô tô, đặc biệt là vào nền chất dẻo.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để giải quyết các mong muốn được đề cập trên đây, sáng chế đề xuất, trong khía cạnh thứ nhất, thể phân tán trong nước của polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl chứa khối perfloropolyete được điều chế bởi các bước sau đây:

a) đưa perfloropolyete có đầu cuối cacboxyl C vào phản ứng với hợp chất có nhóm chức epoxy chưa bão hòa kiểu etylen D với sự có mặt của hợp chất E, là axit hoặc anhydrit cacboxylic với số nhóm chức ít nhất là 2, để thu được polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl F,

b) trung hòa polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl F với chất trung hòa G và phân tán nó trong nước.

Trong khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm phủ trong nước, có thể đóng rắn bằng tia cực tím, bao gồm thể phân tán trong nước theo sáng chế.

Sáng chế còn đề xuất phương pháp phủ nền, bao gồm phủ chế phẩm phủ theo sáng chế lên nền và đóng rắn chế phẩm phủ bằng bức xạ cực tím.

Trong khía cạnh khác, sáng chế đề xuất nền được phủ thu được theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế dựa trên cơ sở hiểu biết thận trọng rằng có thể tạo ra polyme có thể phân tán tốt trong chế phẩm phủ trong nước và cung cấp các tính chất dễ làm sạch của lớp phủ thu được.

Polyme được sử dụng trong sáng chế là polyeste chưa bão hòa gốc nhựa perfloropolyete (PFPE). Chất này có thể được điều chế theo phương pháp bao gồm các bước sau đây.

Bước (a)

Trong bước thứ nhất (a), perflopolyete có đầu cuối cacboxyl C được cho phản ứng với hợp chất có nhóm chức epoxy chưa bão hòa kiểu etylen D với sự có mặt của hợp chất E, là axit hoặc anhydrit cacboxylic với số nhóm chức ít nhất là 2, để thu được polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl F. “Chưa bão hòa kiểu etylen” trong bối cảnh của sáng chế có nghĩa là hợp chất chứa ít nhất một liên kết đôi có khả năng phản ứng trong các phản ứng polyme hóa gốc tự do.

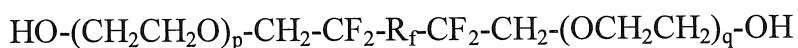
Perflopolyete (PFPE) là các polyme flo hóa bao gồm mạch polyoxyalkylen thẳng hoặc nhánh được flo hóa một phần hoặc toàn phần chứa các đơn vị lặp có ít nhất một liên kết ete móc xích và ít nhất một bán phần flocacbon. PFPE có thể được chia ra thành loại không có nhóm chức và loại có nhóm chức; loại đầu bao gồm mạch PFPE có các đầu mang các nhóm (per)haloalkyl, trong khi loại sau bao gồm mạch PFPE có ít nhất hai đầu, trong đó ít nhất một đầu bao gồm nhóm chức. PFPE có nhóm chức, cụ thể là PFPE một và hai chức, bao gồm mạch PFPE có hai đầu, trong đó một hoặc cả hai đầu mang nhóm chức. Ưu tiên hơn là PFPE hai chức được sử dụng.

Perflopolyete có đầu cuối cacboxyl là perflopolyete có nhóm chức (PFPE) chứa một hoặc nhiều nhóm cacboxyl tại cả hai đầu. Nhóm cacboxyl có thể có mặt dưới dạng tự do (COOH), hoặc dưới dạng muối, ví dụ như muối Na, hoặc este hóa, ví dụ như C1-C4 alkyl este, chẳng hạn như metyl hoặc etyl este. Những hợp chất như vậy đã được biết rõ và có sẵn dạng thương phẩm, ví dụ như Fluorolink® của Solvay.

Perflopolyete có đầu cuối cacboxyl C có thể được điều chế từ các perflopolyete có đầu cuối hydroxy A, bằng cách cho nó vào phản ứng ngưng tụ với hợp chất B, là axit hoặc anhydrit cacboxylic đa chức.

Perflopolyete có đầu cuối hydroxy A ưu tiên hơn là có phân tử lượng trung bình số từ 400 đến 3000, Mn có thể được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel (GPC) trong đó sử dụng chuẩn polystyren với tetrahydrofuran là pha động.

Perflopolyete có đầu cuối hydroxy A có thể có cấu tạo tổng quát $\text{HO}-(\text{CF}_2-\text{CF}_2-\text{O})_n-\text{OH}$ hoặc $\text{HO}-(\text{CF}_2-\text{CF}_2-\text{O})_n-(\text{CF}_2-\text{O})_m-\text{OH}$. Nó cũng có thể bao gồm các khối với các đơn vị etylen oxit và có cấu tạo tổng quát:



trong đó p và q là các số nguyên được chọn độc lập từ 0 đến 50, ưu tiên hơn là từ 1 đến 50, trong đó R_f là gốc hai chức có cấu tạo perflopolyete $(CF_2CF_2O)_n$, $(CF_2O)_m$ hoặc $(CF_2-CF_2-O)_n-(CF_2-O)_m$, và trong đó n và m là các số nguyên được chọn độc lập từ 1 đến 100, khi cả p và q không phải bằng 0, polyme tạo thành có khả năng phân tán trong nước tốt hơn.

Perflopolyete có đầu cuối hydroxy có sẵn dạng thương phẩm của Solvay như Fluorolink® PFPE, hoặc Fomblin® PFPE, ví dụ như Fluorolink® 5174X, Fluorolink® E10H, Fluorolink® PEG45.

Axit hoặc anhydrit cacboxylic đa chức B ưu tiên hơn là có số nhóm chức ít nhất là 3. Ví dụ về hợp chất B thích hợp bao gồm trimelitic anhydrit, trimelitic anhydrit hydro hóa, cis-aconitic anhydrit, pyromelitic anhydrit và các axit tương ứng của chúng. Ưu tiên hơn là, hợp chất B là anhydrit. Điều này có ưu điểm là phản ứng với hợp chất A không sinh ra nước là chất cần loại bỏ trong quá trình phản ứng. Do đó phản ứng dễ được kiểm soát hơn và có thể được tiến hành ở nhiệt độ thấp hơn. Ưu tiên hơn là, hợp chất B là anhydrit ba chức, cụ thể là trimelitic anhydrit hoặc trimelitic anhydrit hydro hóa.

Phản ứng với hợp chất B có thể được tiến hành với sự có mặt của chất xúc tác. Các chất xúc tác este hóa thông thường đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế có thể được sử dụng. Ưu tiên hơn là, phản ứng được tiến hành với sự có mặt của chất xúc tác kim loại, ví dụ như hợp chất cơ thiếc. Ưu tiên hơn là, chất xúc tác là dibutyltin dilaurat (DBTDL). Các chất xúc tác kim loại khác cũng có thể được sử dụng, chẳng hạn như thiếc (II) octoat, chất xúc tác gốc ziriconi hoặc titan. Chất xúc tác có thể được sử dụng với lượng từ 0,01 đến 5 % khối lượng, hoặc từ 0,1 đến 1 % khối lượng, tính trên tổng khối lượng của các chất tham gia phản ứng trừ dung môi.

Phản ứng với hợp chất B Ưu tiên hơn là diễn ra trong dung môi hữu cơ hoặc hỗn hợp dung môi. Dung môi bất kỳ thích hợp, không phản ứng với các chất tham gia phản ứng có thể được sử dụng. Ví dụ bao gồm este (chẳng hạn như ethyl axetat, propyl axetat), dung môi thơm (chẳng hạn như toluen), dung môi xeton (chẳng hạn như axeton, methyl ethyl xeton, methyl isobutyl xeton, cyclohexanon, rượu diaxeton); hydrocacbon béo; ete (chẳng hạn như diethyl ete, tetrahydrofuran) và hỗn hợp của chúng. Các dung môi hữu cơ

ưu tiên bao gồm butyl axetat, metyl isobutyl xeton (MIBK), metyl etyl xeton (MEK), methoxy propyl axetat (PMA), hoặc hỗn hợp của chúng.

Người thông thạo có thể xác định điều kiện thích hợp cho phản ứng với hợp chất B. Thông thường, quá trình tổng hợp được thực hiện trong khí quyển trơ, có khuấy mạnh, trong thời gian đủ để chuyển hòa hoàn toàn PFPE có đầu cuối hydroxy. Nhiệt độ trong quá trình tổng hợp thường nằm trong khoảng từ 80 đến 150°C, trong điều kiện để loại bỏ nước tạo thành trong quá trình ngưng tụ (ví dụ như chưng cất).

Điều quan trọng là sử dụng lượng thích hợp của các tác chất để hợp chất tạo thành C có nhóm chức cacboxyl. Ví dụ, có thể đạt được điều này bằng cách sử dụng tương đối dư hợp chất B. Ưu tiên hơn là, tỉ lệ mol giữa hợp chất B và hợp chất A là từ 1:1 đến 3:1.

Ưu tiên hơn là, chỉ số axit của perflopolyete có đầu cuối cacboxyl C nằm trong khoảng từ 5 đến 60 mg KOH/g, ưu tiên hơn là 10-50 mg KOH/g. Chỉ số axit có thể được đo bằng phương pháp chuẩn độ điện thế, ví dụ như theo tiêu chuẩn DIN EN ISO 3682.

Perflopolyete có đầu cuối cacboxyl C, dạng thương phẩm hoặc được điều chế trong phản ứng được mô tả trên đây, được cho phản ứng trong bước (a) với các hợp chất D và E.

Ưu tiên hơn là, hợp chất có nhóm chức epoxy chưa bão hòa kiểu etylen D là (met)acrylat có nhóm chức epoxy. (Met)acrylat có nhóm chức epoxy đặc biệt ưu tiên bao gồm glycidyl acrylat và glycidyl metacrylat. Ưu tiên hơn là, (met)acrylat có nhóm chức epoxy có phân tử lượng không lớn hơn 500.

Ưu tiên hơn là, axit hoặc anhydrit cacboxylic E có số nhóm chức ít nhất là 2. Trong phương án ưu tiên, số nhóm chức bằng 2.

Hợp chất E ưu tiên hơn là được thêm vào hỗn hợp phản ứng trước hoặc đồng thời với việc thêm hợp chất D, ưu tiên hơn là thêm vào trước hợp chất D.

Ví dụ về hợp chất E thích hợp bao gồm phtalic anhydrit, hexahydrophthalic anhydrit, isophtalic anhydrit, terephthalic anhydrit, glutaric anhydrit, 1,2-cyclohexandicacboxylic anhydrit, 4-metyl-1,2-cyclohexandicacboxylic anhydrit, các dẫn xuất (alkyl) của chúng và các axit tương ứng của chúng.

Trong phương án ưu tiên, E là anhydrit, ưu tiên hơn là phthalic anhydrit. Sử dụng anhydrit thay vì axit cacboxylic có ưu điểm là không có nước tạo thành trong quá trình phản ứng.

Hợp chất E cũng có thể là axit hoặc anhydrit cacboxylic chưa bão hòa kiểu etylen. Ví dụ bao gồm maleic anhydrit, citraconic anhydrit, tetrahydrophtalic anhydrit, và các dẫn xuất (alkyl) của chúng, ví dụ như 2,3-dimethylmaleic anhydrit, và các axit tương ứng của chúng. Sử dụng hợp chất E chưa bão hòa kiểu etylen có thể góp phần vào mật độ liên kết ngang cao hơn và từ đó vào các tính chất tốt hơn của lớp phủ sau khi đóng rắn. Ưu tiên hơn là, hợp chất E là anhydrit chưa bão hòa kiểu etylen, ví dụ như maleic anhydrit.

Người thông thạo có thể xác định điều kiện thích hợp cho phản ứng tổng hợp (a). Thông thường, quá trình tổng hợp được thực hiện trong khí quyển trơ, có khuấy mạnh. Nhiệt độ trong quá trình tổng hợp thường nằm trong khoảng từ 80 đến 150°C. Các chất xúc tác thông thường đã biết có thể được sử dụng, mặc dù không tuyệt đối cần thiết. Tiến trình phản ứng được giám sát bằng cách phân tích chỉ số axit theo thời gian. Phản ứng này ưu tiên hơn là được dừng lại khi chỉ số axit dưới 55 mg KOH/g, ưu tiên hơn là trong khoảng từ 10 đến 50 mg KOH/g.

Tỉ lệ mol giữa hợp chất D và hợp chất E ưu tiên hơn là từ 1:5 đến 5:1, ưu tiên hơn là từ 1:3 đến 3:1. Trong một số phương án, có thể ưu tiên hơn là hợp chất D được sử dụng với số mol tương tự như hợp chất E. Không muốn bị lý thuyết ràng buộc, ở đây tin rằng trong phản ứng này D và E tạo thành một hoặc nhiều mạch polyeste của các đơn vị luân phiên, tức là đơn vị (D-E), chúng được ghép với khối perfloropolyete block A ban đầu thông qua hợp chất đa chức B. Các mạch của các đơn vị lặp (D-E) ưu tiên hơn là có chiều dài từ 1 đến 12.

Polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl F tạo thành ưu tiên hơn là có phân tử lượng trung bình khối Mw trong khoảng từ 1.000 đến 10.000, ưu tiên hơn là trong khoảng từ 2.000 đến 7.000, như được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel (GPC) so với chuẩn polystyren với tetrahydrofuran là pha động. Polyester này ưu tiên hơn là có chỉ số axit trong khoảng từ 10 đến 50 mg KOH/g. Chỉ số axit có thể được đo bằng phương pháp chuẩn độ điện thế, ví dụ như theo tiêu chuẩn DIN EN ISO 3682. Ưu

tiên hơn là, polyme F tạo thành không có nhóm chức OH. Chỉ số hydroxyl ưu tiên hơn là <5 mg KOH/g, ưu tiên hơn là 0 mg KOH/g. Chỉ số hydroxyl có thể được đo bằng cách chuẩn độ điện thế trong đó sử dụng phương pháp TSI, ví dụ như theo tiêu chuẩn ASTM E1899-08.

Bước (b)

Trong bước (b), polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl F được trung hòa với chất trung hòa G và được phân tán trong nước. Chất trung hòa G có thể là amoniac hoặc amin bậc ba, hoặc hỗn hợp amin.

Chất trung hòa G ưu tiên hơn là amin bậc ba bão hòa, ví dụ như trietylamin, tripropyl amin, trietanolamin, dietyltriemin, metylamin và N,N-dimetyl etanol amin (DMEA). Ưu tiên hơn là, DMEA được sử dụng. Ưu điểm của việc sử dụng amin bậc ba bão hòa, chẳng hạn như DMEA, là polyme tạo thành có thể phân tán tốt hơn trong nước.

Chất trung hòa G cũng có thể là amin bậc ba chưa bão hòa kiểu etylen, cụ thể là amin bậc ba với nhóm chức (met)acrylat. Ví dụ bao gồm 2-(dietylamin)etyl acrylat, 2-(dietylamin)etyl metacrylat, 2-(dimetylamin)etyl acrylat, 2-(dimetylamin)etyl metacrylat, t-butylaminoetyl acrylat, t-butylaminoetyl metacrylat. Ưu tiên hơn là, chất trung hòa G bao gồm 2-(dimetylamin)-etyl-metacrylat hoặc 2-(dimetylamin)-etyl-acrylat. Các amin chưa bão hòa có thể góp phần vào mật độ liên kết ngang cao hơn của chế phẩm phủ, nhờ đó cải thiện các tính chất vật lý của lớp phủ.

Chất trung hòa G ưu tiên hơn là được thêm vào với lượng để đạt mức độ trung hòa từ 20 đến 150%, ưu tiên hơn là 80 đến 120% số nhóm cacboxylic của polyeste F, được tính là tỉ lệ mol của các nhóm bazơ từ chất trung hòa và số nhóm cacboxylic từ polyeste F.

Thể phân tán tạo thành ưu tiên hơn là có pH trong khoảng từ 7-10, hàm lượng rắn ưu tiên hơn là trong khoảng từ 10-50 % khối lượng.

Thể phân tán trong nước thu được của polyeste F có thể được sử dụng trong điều chế các chế phẩm phủ. Nếu muốn, dung môi được sử dụng trong quá trình tổng hợp có thể được loại ra khỏi thể phân tán bằng các phương pháp đã biết, ví dụ như chưng cất.

Chế phẩm phủ

Trong khía cách khác, sáng chế đề xuất chế phẩm phủ trong nước, có thể đóng rắn bằng tia cực tím bao gồm thể phân tán được mô tả trên đây của polyeste chưa bão hòa F và tùy chọn ít nhất một chất khơi mào quang học.

Polyeste chưa bão hòa F có thể được sử dụng một mình hoặc kết hợp với các polyme khác trong chế phẩm phủ.

Polyeste chưa bão hòa F có thể có mặt với lượng từ 0,1 đến 90 % khối lượng, hoặc từ 1 đến 80 % khối lượng, hoặc từ 3 đến 70 % khối lượng, tính trên tổng khối lượng rắn của chế phẩm phủ. Trong một số phương án, có thể ưu tiên sử dụng 20 đến 90 % khối lượng, hoặc 30 đến 80 % khối lượng là polyeste chưa bão hòa F tính trên tổng khối lượng rắn của chế phẩm phủ. Trong các phương án khác, có thể ưu tiên sử dụng chỉ lượng nhỏ của polyeste chưa bão hòa, ví dụ như từ 0,1 đến 20 % khối lượng, hoặc 1 đến 15 % khối lượng, tính trên tổng khối lượng rắn của chế phẩm phủ.

Chế phẩm phủ có thể bao gồm nhựa kết dính khác, ví dụ như polyeste, polyuretan, (met)acrylat. Trong phương án ưu tiên, chế phẩm phủ bao gồm thêm ít nhất một monome, oligome hoặc polyme (met)acrylat khác với polyme F. Ví dụ polyme (met)acrylat có thể là polyuretan (met)acrylat hoặc polyeste (met)acrylat.

Chế phẩm phủ cũng có thể bao gồm các monome và oligome có thể copolyme hóa. Ví dụ về các monome như vậy bao gồm monome (met)acrylat, cụ thể là methyl (met)acrylat, ethyl (met)acrylat, isopropyl (met)acrylat, butyl (met)acrylat, isobutyl (met)acrylat, ethyl hexyl (met)acrylat, dipentaerythritol hexaacrylat, acrylonitril, metacrylamit. Monome vinyl cũng có thể được sử dụng, ví dụ như vinyl axetat, vinyl propionat, vinyl butyrat, styren.

Ưu tiên hơn là, chế phẩm phủ bao gồm ít nhất một chất khơi mào quang học hoặc hỗn hợp của chúng. Chất khơi mào quang học sinh ra các gốc tự do khi tiếp xúc với năng lượng bức xạ. Chất khơi mào quang học cực tím bất kỳ đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế có thể được sử dụng. Chất khơi mào quang học thích hợp bao gồm các dẫn xuất benzoin, benzil ketal, α -hydroxyalkylphenon, monoacylphosphin oxit (MAPO) và bisacylphosphin oxit (BAPO), chẳng hạn như diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphin oxit, 1-hydroxy-cyclohexyl-phenyl-xeton, bis(2,4,6-trimethylbenzoyl)-phenylphosphin oxit,

bis(2,6-dimethoxybenzoyl)-2,4,4-trimethylpentyl-phosphin oxit, 2-hydroxy-2-methyl-1-phenyl-propan-1-on, 2-methyl-1[4-(methylthio)phenyl]-2-morpholino-propan-1-on, phenyl glyoxylic axit methyl este. Hỗn hợp của các hợp chất này cũng có thể được sử dụng. Chất khơi mào quang học sẵn có dạng thương phẩm, ví dụ như của IGM Resins.

Chất khơi mào quang học ưu tiên hơn là có mặt với lượng từ 0,1 đến 10 % khối lượng, ví dụ như từ 0,5 đến 5,0 % khối lượng hoặc từ 0,5 đến 2,5 % khối lượng, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm.

Chế phẩm phủ là gốc nước. Chế phẩm phủ gốc nước bao gồm nước là pha lỏng chính khi điều chế và/hoặc phủ chế phẩm phủ. “Pha lỏng chính” có nghĩa là nước cấu thành ít nhất 50 % khối lượng của pha lỏng, ưu tiên hơn là ít nhất 80 % khối lượng, ưu tiên hơn là ít nhất 90 % khối lượng, trong một số phương án thậm chí là 100 % khối lượng. Chế phẩm phủ ưu tiên hơn là chứa 20 đến 80% khối lượng là nước, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm phủ.

Trong một phương án, thêm vào đó, chế phẩm phủ có thể chứa dung môi hữu cơ. Ví dụ, dung môi hữu cơ có thể có mặt với tỉ lệ đến 50%, ưu tiên hơn là, đến 40% khối lượng của pha lỏng. Có thể ưu tiên hơn trong một số phương án là chế phẩm phủ chứa ít hơn 10 % khối lượng là dung môi hữu cơ, hoặc thậm chí không chứa dung môi hữu cơ, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm phủ.

Ví dụ về dung môi hữu cơ thích hợp bao gồm rượu (chẳng hạn như etanol, isopropanol, n-butanol, n-propanol), este (chẳng hạn như ethyl axetat, propyl axetat), dung môi thơm (chẳng hạn như toluen), dung môi xeton (chẳng hạn như axeton, methyl ethyl xeton, methyl isobutyl xeton, cyclohexanon, rượu diaxeton); hydrocacbon béo; hydrocacbon clo hóa (chẳng hạn như CH_2Cl_2); ete (chẳng hạn như diethyl ete, tetrahydrofuran, propylen glycol monomethyl ete) và hỗn hợp của chúng. Ưu tiên hơn là, dung môi hòa lẫn được với nước. Dung môi hữu cơ ưu tiên bao gồm butyl axetat, methyl isobutyl xeton (MIBK), methyl ethyl xeton (MEK), propylen glycol monomethyl ete và metoxy propyl axetat (PMA), hoặc hỗn hợp của chúng.

Hàm lượng rắn của chế phẩm phủ theo sáng chế có thể trong khoảng từ 1 đến 90 % khối lượng, ưu tiên hơn là từ 5 đến 65 % khối lượng, ưu tiên hơn là từ 10 đến 50 % khối lượng.

Chế phẩm phủ có thể bao gồm thêm các chất phụ gia thông thường đã biết, chẳng hạn như chất độn, chất chống oxy hóa, chất làm mờ, bột màu, hạt chống mài mòn, chất không chế dòng, chất hoạt động bề mặt, chất hóa dẻo, chất thúc đẩy bám dính, chất xúc biến, chất ổn định ánh sáng và khác.

Sáng chế còn đề xuất phương pháp phủ nền, bao gồm phủ chế phẩm phủ theo sáng chế lên nền và đóng rắn chế phẩm phủ bằng bức xạ cực tím.

Chế phẩm phủ có thể được phủ lên nhiều loại nền bằng các kỹ thuật thông thường đã biết bao gồm phun, lăn bằng con lăn, phủ bằng dao gạt, xối, quét bằng cọ hoặc nhúng. Sau khi hóa hơi nước và dữ liệu hữu cơ nếu có, chế phẩm phủ tạo ra lớp phủ khô không bụi hoặc hơi dính.

Sau đó quá trình đóng rắn được gây ra bởi bức xạ cực tím. Nguồn bức xạ cực tím bất kỳ thích hợp có thể được sử dụng, ví dụ đèn Hg, đèn kim loại halogenua, đèn xenon, đèn UV-LED. Ưu tiên hơn là sử dụng đèn UV-LED. Người thông thạo trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế có thể xác định điều kiện thích hợp để đóng rắn bằng bức xạ cực tím.

Quá trình đóng rắn chế phẩm phủ có thể được thực hiện ở nhiệt độ xung quanh, ví dụ như nhiệt độ phòng. Nhiệt độ phòng ở đây được hiểu là từ 15 đến 30°C. Quá trình đóng rắn cũng có thể được gia tốc bằng cách đun nóng. Nền được phủ có thể được đun nóng đến nhiệt độ trong khoảng từ 40 đến 100°C, ưu tiên hơn là từ 50 đến 80°C. Các phương pháp thông thường đã biết có thể được sử dụng, ví dụ như đặt trong lò. Đun nóng ưu tiên hơn là được thực hiện trước hoặc đồng thời với đóng rắn với tia cực tím.

Chế phẩm phủ theo sáng chế có thể được phủ lên nhiều loại nền bao gồm nền kim loại và không kim loại. Nền thích hợp bao gồm polycacbonat acrylonitril butadien styren (PC/ABS), polycacbonat, polyacrylat, polyolefin, polyamit, polystyren, polyamit, thủy tinh, gỗ, đá, nhôm, hợp kim nhôm và tương tự.

Chế phẩm phủ theo sáng chế có thể được sử dụng dưới dạng chỉ một lớp được phủ trực tiếp lên nền, hoặc dưới dạng hệ nhiều lớp, ví dụ như lớp lót, lớp nền hoặc lớp bóng.

Chế phẩm phủ theo sáng chế có thể được sử dụng trong nhiều ngành sơn phủ khác nhau, chẳng hạn như, điện tử tiêu dùng, ô tô, bao bì, sàn gỗ và đồ nội thất, thiết bị gia dụng, kính và cửa sổ, thiết bị thể thao.

Sáng chế còn đề xuất nền được phủ lớp phủ thu được từ chế phẩm phủ theo sáng chế. Các lớp phủ theo sáng chế có các tính chất chung rất tốt bao gồm bám dính và chống mài mòn. Thêm vào đó, các lớp phủ có tính chất dễ làm sạch rất tốt như có thể được kiểm nghiệm với bút đánh dấu vĩnh viễn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được chứng minh trong đó tham khảo các ví dụ sau đây. Mọi phần và tỉ lệ phần trăm được tính theo khối lượng trừ khi được quy định cụ thể khác.

Fluorolink E10H – polyme PFPE có nhóm chức hydroxyl của Solvay

TMA – trimelitic anhydrit của Shanghai Macklin Biochemical

MAH – maleic anhydrit của Shanghai Aladdin

GMA – glycidyl metacrylat của Dow Chemical Company

Ví dụ 1. Điều chế thể phân tán polyeste

Hỗn hợp 10 g dibutyltin dilaorat, 5506 g 2-axetoxi-1-metoxipropan, 1700 g Fluorolink E10H và 384 g TMA được thêm vào bình phản ứng, khuấy và đun nóng đến 120°C trong khí quyển nitơ. Phản ứng để được cho xảy ra đến khi chỉ số axit là 29,5. Sau đó 908 g MAH được thêm vào hỗn hợp. Nhiệt độ được đặt ở 110°C. 1420 g GMA được định lượng vào hỗn hợp phản ứng và phản ứng diễn tiến ở nhiệt độ đã đặt đến khi chỉ số axit bằng 22,5. Hỗn hợp phản ứng được làm nguội đến 40°C. Polyme thu được có Mn là 4484, chỉ số axit là 22,5, chỉ số OH < 5 mg KOH/g.

Cho vào 100 g thể phân tán polyeste 3,6 g DMEA và 90 g nước. pH của thể phân tán là 8,5 và hàm lượng rắn là 25%.

Ví dụ 2. Điều chế chế phẩm phủ

Cho vào 83 g thể phân tán nhựa bazơ (dipentaerythritol hexaacrylat nhũ hóa trong nước với hàm lượng rắn 50%), 4 g chất khơi mào quang học 1-hydroxy-cyclo-hexyl-phenyl-xeton và 1 g chất khơi mào quang học diphenyl(2,4,6-trimetylbenzoyl)phosphin

oxit, 10 g dung môi propylen glycol monometyl ete và 2 g thể phân tán được điều chế trong Ví dụ 1.

Ví dụ 3. Kiểm nghiệm

Chế phẩm phủ được điều chế trong Ví dụ 2 được phun lên tấm PC/ABS và làm khô ở 60°C trong 10 phút để đạt độ dày màng khô là 20-30 micromet. Các tấm đã phủ được đưa tiếp vào quá trình đóng rắn bằng tia cực tím bằng cách sử dụng hệ thống đóng rắn LED UV RW-UVA301-30 của Wing M&E, mức năng lượng là 1100 mJ/cm².

Để kiểm nghiệm về tính dễ làm sạch, bút đánh dấu vĩnh viễn có thương hiệu ZEBRA được sử dụng. Bút được dùng để viết lên bề mặt đã phủ. Mực không dính vào bề mặt và có thể được lau sạch dễ dàng với miếng giẻ.

Khả năng chống mài mòn được kiểm nghiệm bằng cách sử dụng thiết bị 5750 Linear Abraser của TABER®. Kiểm nghiệm này được thực hiện với khối lượng 1 kg đặt trên bụi nhùi thép, tất cả được đặt lên tấm đã phủ. Tốc độ mài được đặt ở 60 chu kỳ/phút, tổng cộng 200 chu kỳ. Sau kiểm nghiệm, kiểm nghiệm trên đây với bút đánh dấu vĩnh viễn được lặp lại. Lớp phủ đã giữ được tính chất dễ làm sạch của nó.

YÊU CẦU BẢO HỘ

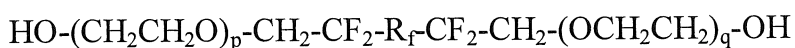
1. Thở phân tán trong nước của polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl chứa khối perflopolyete được điều chế bởi các bước sau đây:

a) đưa perflopolyete có đầu cuối cacboxyl C vào phản ứng với hợp chất có nhóm chức epoxy chưa bão hòa kiểu etylen D với sự có mặt của hợp chất E, là axit hoặc anhydrit cacboxylic với số nhóm chức ít nhất là 2, để thu được polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl F,

b) trung hòa polyeste chưa bão hòa có nhóm chức cacboxyl F với chất trung hòa G và phân tán nó trong nước.

2. Thở phân tán theo điểm 1, trong đó hợp chất C được điều chế bằng cách cho perflopolyete có đầu cuối hydroxy A vào phản ứng ngưng tụ với hợp chất B, là axit hoặc anhydrit cacboxylic đa chức với số nhóm chức ít nhất là 3.

3. Thở phân tán theo điểm 2, trong đó hợp chất A có cấu tạo chung



trong đó p và q là các số nguyên được chọn độc lập từ 0 đến 50, R_f là gốc hai chức có cấu tạo perflopolyete $(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n$, $(\text{CF}_2\text{O})_m$ hoặc $(\text{CF}_2-\text{CF}_2-\text{O})_n-(\text{CF}_2-\text{O})_m$, và trong đó n và m là các số nguyên được chọn độc lập từ 1 đến 100,

4. Thở phân tán theo điểm 2 hoặc 3, trong đó hợp chất B là anhydrit.

5. Thở phân tán theo điểm 4, trong đó hợp chất B là anhydrit trimelitic hoặc trimelitic anhydrit hydro hóa.

6. Thở phân tán theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó hợp chất C có chỉ số axit nằm trong khoảng từ 10 đến 50 mg KOH/g được đo như được định nghĩa trong phần mô tả.

7. Thở phân tán theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó hợp chất có nhóm chức epoxy chưa bão hòa kiểu etylen D là (met)acrylat có nhóm chức epoxy.

8. Thê phân tán theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó hợp chất E là anhydrit chưa bão hòa kiểu etylen.
9. Thê phân tán theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó chất trung hòa G là amin bậc ba với nhóm chức (met)acrylat.
10. Chế phẩm phủ trong nước, có thể đóng rắn bằng tia cực tím, bao gồm thê phân tán trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9.
11. Chế phẩm phủ theo điểm 10, bao gồm thêm ít nhất một monome, oligome hoặc polyme (met)acrylat khác với polyme F.
12. Chế phẩm phủ theo điểm 10 hoặc 11, bao gồm thêm dung môi hữu cơ với lượng ít hơn 10 % khối lượng, tính trên tổng khối lượng chế phẩm phủ.
13. Phương pháp phủ nền, bao gồm phủ chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 10 đến 12 lên nền và đóng rắn chế phẩm phủ bằng bức xạ cực tím.
14. Nền được phủ thu được theo phương pháp của điểm 13.
15. Nền theo điểm 14, trong đó nền được chọn từ nhóm bao gồm polycacbonat acrylonitril butadien styren (PC/ABS), polycacbonat, polyacrylat, polyolefin, polyamit, polystyren, polyamit, thủy tinh, gỗ, nhôm, và hợp kim nhôm.