



(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)



1-0049301

(51)^{2020.01} C09D 133/14

(13) B

(21) 1-2021-06242

(22) 27/03/2020

(86) PCT/FR2020/000070 27/03/2020

(87) WO2020/193878 01/10/2020

(30) 1903294 28/03/2019 FR

(45) 25/07/2025 448

(43) 27/12/2021 405A

(73) ARKEMA FRANCE (FR)

420 rue d'Estienne d'Orves, 92700 Colombes, France

(72) CAMARA, Fatoumata (FR); COGORDAN, Frank (FR); DECOMBLE, Virginie (FR); MORIERE, Franck (FR).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) NHỰA HỮU CƠ CHỨA CÁC NHÓM AMIN BẬC BA VÀ AXIT CARBOXYLIC, HỆ PHÂN TÁN DẠNG NƯỚC BAO GỒM NHỰA NÀY, QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ HỆ PHÂN TÁN NHỰA DẠNG NƯỚC, HỢP PHẦN CÓ THỂ LIÊN KẾT NGANG HAI THÀNH PHẦN, NỀN ĐƯỢC PHỦ BẰNG HỢP PHẦN PHỦ CÓ THỂ LIÊN KẾT NGANG VÀ SẢN PHẨM LIÊN KẾT NGANG

(21) 1-2021-06242

(57) Sáng chế đề cập đến nhựa hữu cơ đặc trưng, cụ thể nhựa acrylic, vinyl hoặc acrylic-vinyl, chứa các nhóm amin bậc ba và axit carboxylic, nhựa này có khả năng tạo ra hệ phân tán trong nước không cần chất hoạt diện, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế hệ phân tán trong nước này, và đến hợp phần phủ có thể liên kết ngang hai thành phần bao gồm nhựa nêu trên hoặc hệ phân tán trong nước nêu trên, để điều chế các lớp phủ liên kết ngang không cần sử dụng isoxyanat bất kỳ nào. Sáng chế còn đề cập đến hệ phân tán nhựa dạng nước, nên được phủ bằng hợp phần phủ có thể liên kết ngang và sản phẩm liên kết ngang.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến nhựa hữu cơ đặc trưng, cụ thể là nhựa acrylic, vinyl hoặc acrylic-vinyl, chứa các nhóm amin bậc ba và axit carboxylic, nhựa này có khả năng tạo ra hệ phân tán trong nước không cần chất hoạt diện, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế hệ phân tán trong nước này, và hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần bao gồm nhựa nêu trên hoặc hệ phân tán trong nước nêu trên, để điều chế các sản phẩm liên kết ngang, không cần sử dụng bất kỳ isoxyanat nào.

Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến việc thu được các lớp phủ liên kết ngang có đặc tính tương đương với đặc tính của các lớp phủ polyuretan liên kết ngang khởi đầu từ hệ phản ứng chứa hai thành phần, một thành phần là nhựa chứa các nhóm amin bậc ba và axit carboxylic theo sáng chế làm hệ phân tán trong môi trường nước, và thành phần còn lại là nhựa epoxy, nhựa này không cần các isoxyanat mà chúng thường có liên quan với các polyol để thu được các lớp phủ polyuretan bằng con đường chuẩn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc thu được các lớp phủ polyuretan liên kết ngang từ hệ hai thành phần trong môi trường dung môi hữu cơ hoặc trong môi trường nước trong hệ phân tán, khởi đầu từ nhựa polyol bằng phản ứng với polyisoxyanat, là đã được biết rõ. Cụ

thể hơn, các polyol acrylic đã biết về các ứng dụng phù theo quan điểm về đặc tính tốt hơn của chúng, đặc biệt liên quan đến vấn đề già hóa. Các polyol này là copolyme của hỗn hợp các monome acrylic bao gồm hydroxyalkyl (met)acrylat, như hydroxyetyl (met)acrylat (HE(M)A), hydroxypropyl (met)acrylat và hydroxybutyl (met)acrylat.

Nhược điểm chủ yếu của các hệ này có liên quan đến việc sử dụng các isoxyanat (polyisoxyanat), chúng là các chất liên kết ngang quyết định của các hệ polyuretan hai thành phần liên kết ngang này dựa vào nhựa polyol acrylic. Cụ thể, việc sử dụng này làm nảy sinh các vấn đề về độc tính, độ an toàn và tính gây hại đối với sức khỏe con người và đối với môi trường nói chung, các vấn đề này đặt ra các giới hạn nghiêm ngặt liên quan đến việc xử lý chúng, thậm chí trong môi trường nước, do đó các vấn đề này trở nên phức tạp và tốn kém hơn. Căn cứ vào độc tính và việc điều chế chúng từ nguyên liệu thô mà cũng có độc tính và gây hại cho môi trường, như phosgen với sự thoát ra khí axit clohydric, khí này cũng gây hại cho môi trường, ngành hóa học này, dựa vào việc sử dụng các isoxyanat, cần phải được thay thế bằng các giải pháp ít gây hại cho con người và môi trường.

Hơn nữa, ngoài các vấn đề về sức khỏe con người và môi trường, việc sử dụng hệ polyol-isoxyanat có thể liên kết ngang rất nhạy với các điều kiện áp dụng, dù trong môi trường dung môi hoặc môi trường nước (thậm chí việc tiêu thụ isoxyanat cao hơn), với việc tiêu thụ một số chức năng isoxyanat bằng nước dư trong môi trường dung môi hoặc bằng nước trong môi trường nước với hệ số tỷ lượng mà khó kiểm soát có tác dụng lên khả năng tái sinh đặc tính cuối cùng và dẫn đến sự tiêu thụ quá mức các isoxyanat so với hệ số tỷ lượng cần thiết. Việc tiêu thụ các isoxyanat trong hệ bởi độ ẩm môi trường hoặc bởi nước trong môi trường nước bằng các phản ứng phụ (tách nhóm carboxyl và hình thành các polyamin được chuyển đổi thành các polyure) có thể tác động lên cấu trúc và đặc tính cuối cùng của lớp phủ. Cụ thể, việc giải phóng CO₂ bởi phản ứng với nước dẫn đến sự hình thành các bọt khí CO₂ (khuyết tật) ở lớp phủ cuối cùng, đặc biệt

là trong trường hợp các lớp phủ dày. Đây là hạn chế quan trọng của hệ polyol-isoxyanat thông thường về độ dày khô tối đa có thể không có khuyết tật nêu trên (bột khí CO₂) của lớp phủ polyuretan. Đặc tính độ dày khô tối đa không có khuyết tật nêu trên được biết là “giới hạn lỗ” được đo bằng thử nghiệm giới hạn lỗ như được xác định trong các ví dụ (theo tiêu chuẩn ISO 4628-2). Trong các hệ phủ polyuretan thông thường (dựa vào isoxyanat), độ dày tối đa tốt nhất là 70 µm. Trong các sản phẩm liên kết ngang theo sáng chế, các khuyết tật này không có mặt, và do đó, không có giới hạn. Nhược điểm khác của isoxyanat trong các lớp phủ này là sự ảnh hưởng nhiều của chúng lên giá thành, đặc biệt nổi bật bởi sự tiêu thụ quá mức isoxyanat bởi phản ứng phụ với nước. Hệ hai thành phần mới đã biết trong lĩnh vực, các hệ này không sử dụng polyisoxyanat (được biết là NIPU (non-isocyanate PU): PU không isoxyanat) để thay thế các hệ polyuretan dựa vào polyol-polyisoxyanat.

Cụ thể, tài liệu US 2012/0251730 mô tả hợp phần dựa vào dung môi hai thành phần mà nó có khả năng làm khô không cần sử dụng polyisoxyanat hoặc không cần nhựa melamin-formaldehyt làm chất liên kết ngang. Hệ này bao gồm copolyme thu được bằng cách polyme hóa gốc và chứa ít nhất một nhóm cacbonat vòng, polyamin có ít nhất hai nhóm amin bậc một và bậc hai, tùy ý ít nhất một dung môi, chất màu và chất bổ trợ. Các ví dụ chứng minh màng có độ cứng thuận lợi, nhưng không khiến cho có thể thu được các hợp phần có hàm lượng hợp chất hữu cơ dễ bay hơi thấp (VOC - volatile organic compound).

Tài liệu US 2002/0176994 cũng mô tả hợp phần phủ phản ứng, không chứa isoxyanat thu được từ polyme acrylic được chức hóa anhydrit, bằng cách kết hợp với epoxy khác, polyme được chức hóa amin bậc ba và hydroxyl, không cần các polyme này được copolyme với nhau. Tuy nhiên, sự kết hợp đơn giản của polyme kỵ nước với polyme ưa nước dẫn đến các vấn đề về khả năng tương hợp giữa hai polyme, các khó khăn trong quá trình nhũ hóa và độ không ổn định của nhũ tương thu được.

Mặc dù các hệ như được mô tả trong các tài liệu viện dẫn trong lĩnh vực khiến cho có thể ưu tiên thu được các lớp phủ có thể liên kết ngang không cần sử dụng polyisoxyanat, một số vấn đề bổ sung vẫn cần phải khắc phục.

Vì các quy định liên quan đến việc giảm các VOC trở nên khắt khe hơn, nên các giải pháp cho vấn đề này còn chưa biết trong lĩnh vực. Do đó, có nhu cầu về các nhựa mới, cụ thể là nhựa acrylic, được chức hóa bằng amin bậc ba mà chúng có khả năng tạo thành hệ phân tán trong nước ổn định và cho phép hình thành các lớp phủ nước và cụ thể là sơn, dầu sơn, mực, chất kết dính và keo dính có hàm lượng VOC thấp, và hệ phân tán trong nước thu được như vậy thích hợp để áp dụng trong các lớp phủ trong môi trường nước. Do đó, vấn đề kỹ thuật cần giải quyết bởi sáng chế bao gồm trước tiên là phát hiện ra nhựa được lựa chọn cụ thể không cần sử dụng isoxyanat, chứa các nhóm amin bậc ba và axit carboxylic có hàm lượng rắn cao trong môi trường dung môi hữu cơ, nhựa này có khả năng tạo ra hệ phân tán trong nước ổn định khi bảo quản, nhựa này có thể được sử dụng trong hệ hai thành phần đặc trưng, có thể liên kết ngang ở nhiệt độ tương đối thấp nằm trong khoảng từ nhiệt độ môi trường (20-25°C) đến 150°C, với nhựa epoxy làm chất liên kết ngang, và nhựa này có hàm lượng VOC thấp và hàm lượng rắn nằm trong khoảng từ 30% đến 60%. Hệ đặc trưng nhằm đích này cần phải là hệ hai thành phần mới mà nó có thể được liên kết ngang không cần sử dụng isoxyanat bất kỳ và vì lý do này và vì nhu cầu cần giảm hàm lượng VOC, hệ cần phải thân thiện môi trường và thân thiện sức khỏe, và đặc biệt hệ này cần phải không nhạy với nước và cần phải có đặc tính tương tự, nếu không muốn nói là giống hệt với đặc tính của hệ polyol-polyisoxyanat có thể so sánh được trong lĩnh vực.

Cụ thể hơn, bằng sự lựa chọn cụ thể hợp phần của các monome và cấu trúc đặc trưng của nhựa nêu trên, sáng chế khiến cho có khả năng tốt tạo ra được các hệ phân tán trong nước mà chúng ổn định khi bảo quản và chúng có thể được sử dụng trong các hệ nước hai thành phần có thể liên kết ngang. Cụ thể, sáng chế

nhằm mục đích thu được nhựa hữu cơ mang các nhóm chức phản ứng có khả năng được nhũ hóa bằng quy trình đảo pha. Hệ phân tán trong nước thu được như vậy, nhờ có kích thước nhỏ của các hạt của nó, ổn định hơn theo thời gian so với các hệ trước đây trong lĩnh vực.

Ngoài ra, sự có mặt của các nhóm amin bậc ba trong nhựa theo sáng chế cho phép phản ứng liên kết ngang tự xúc tác, không cần sử dụng các chất xúc tác dựa vào các dẫn xuất kim loại kiểu thiếc, trong quá trình tạo ra sản phẩm liên kết ngang.

Trong số các lợi ích chính liên quan đến hệ mới theo sáng chế, có thể kể đến các lợi ích sau:

thu được lớp phủ tương đương với lớp phủ polyuretan với các đặc tính vốn có của loại lớp phủ này, không cần sử dụng isoxyanat, cụ thể thu được các lớp phủ dày không bị khuyết tật liên quan với việc sử dụng này và các điều kiện sức khỏe và độ an toàn được cải thiện và đối với môi trường, và không tác động đáng kể tới đặc tính thiết yếu của lớp phủ nêu trên hoặc giữ được mức đặc tính tương tự nếu không muốn nói là giống hệt như mức độ đặc tính của hệ polyol-polyisoxyanat có thể so sánh được trong lĩnh vực, liên kết ngang ở nhiệt độ tương đối thấp và cụ thể nằm trong khoảng từ nhiệt độ môi trường đến 150°C;

thu được các hệ nước hai thành phần hiệu năng cao mà chúng là hệ tự xúc tác, không giống như hệ hai thành phần thông thường sử dụng các chất xúc tác kim loại, và cụ thể hơn là thiếc;

tạo ra các lớp phủ, cụ thể sơn, sơn dầu, mực, chất kết dính, keo dính, phù hợp theo xu hướng trong các quy định hiệu lực về VOC;

giảm tổng chi phí tạo ra so với hệ polyol-isoxyanat;

làm khô nhanh chóng và giữ được các đặc tính tốt của màng phủ thu được, mặc dù hàm lượng VOC thấp;

đặc tính ứng dụng tốt và, cụ thể, về độ bền, bao gồm cả về sự mài mòn, độ cứng/độ mềm dẻo, độ kết dính với nền, độ bền hóa học và độ bền nhiệt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, sáng chế đề cập đến, làm đối tượng thứ nhất, nhựa hữu cơ đặc trưng, chất kết dính cho các thành phần có thể liên kết ngang trong môi trường dung môi hữu cơ hoặc trong môi trường nước, chứa các nhóm amin bậc ba và axit carboxylic.

Đối tượng thứ hai của sáng chế đề cập đến hệ phân tán trong nước bao gồm nhựa theo sáng chế, đặc biệt không cần bất kỳ chất hoạt diện nào.

Đối tượng thứ ba theo sáng chế đề cập đến quy trình điều chế hệ phân tán trong nước theo sáng chế.

Đối tượng khác theo sáng chế đề cập đến hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần, bao gồm nhựa nêu trên hoặc hệ phân tán trong nước nêu trên theo sáng chế, và đặc biệt hơn nữa bao gồm thêm ít nhất một chất liên kết ngang được chọn từ các nhựa epoxy.

Sáng chế cũng đề cập đến nền được phủ bằng hợp phần phủ có thể liên kết ngang theo sáng chế.

Sáng chế cũng bộc lộ việc sử dụng nhựa hoặc hệ phân tán trong nước theo sáng chế trong hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần bao gồm nhựa epoxy làm chất liên kết ngang.

Cuối cùng, sản phẩm liên kết ngang, và đặc biệt hơn là lớp phủ liên kết ngang, sinh ra từ việc sử dụng nhựa hoặc hệ phân tán trong nước theo sáng chế, với nhựa epoxy, cũng là một phần của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Do đó, mục đích thứ nhất của sáng chế đề cập đến nhựa hữu cơ bao gồm trong hợp phần của nó hai copolyme P1 và P2, theo tỷ lệ khối lượng của P1/P2

nằm trong khoảng từ 90/10 đến 60/40, và tốt hơn từ 80/20 đến 70/30, trong đó ít nhất copolyme P1 nêu trên chứa ít nhất một nhóm amin bậc ba và copolyme P2 nêu trên chứa ít nhất một nhóm axit carboxylic.

Các copolyme P1 và P2 được copolyme hóa với nhau, tốt hơn bằng cách polyme hóa gốc. Do vậy, các copolyme P1 và P2 không được kết hợp đơn giản với nhau. Cụ thể, quá trình copolyme hóa giữa P1 và P2 cho phép hình thành nhiều liên kết cộng hóa trị giữa các copolyme P1 và P2.

Nhựa hữu cơ theo sáng chế đặc biệt có thể là polyme nhiều pha. Cách diễn đạt “polyme nhiều pha” được hiểu là để chỉ, trong phạm vi nghĩa theo sáng chế, polyme có thành phần không đồng nhất. Polyme nhiều pha có thể thu được bằng quy trình polyme hóa liên tiếp trong ít nhất hai bước khởi đầu từ ít nhất hai thành phần (hoặc hỗn hợp) của các monome khác nhau. Cụ thể, polyme nhiều pha có thể bao gồm ít nhất hai pha, pha thứ nhất S1 bao gồm copolyme P1 và pha thứ hai S2 bao gồm copolyme P2, các pha S1 và S2 được kết hợp với nhau bằng nhiều liên kết cộng hóa trị. Pha thứ nhất S1 cụ thể có thể tương ứng với pha kỵ nước. Pha thứ hai S2 cụ thể có thể tương ứng với pha ưa nước, đặc tính ưa nước được cung cấp bởi sự có mặt của các nhóm chức axit carboxylic và tùy ý nhóm alkoxyl hóa hoặc polyalkoxyl hóa.

Nhựa hữu cơ theo sáng chế cụ thể có thể thu được bằng cách polyme hóa các monome cấu thành copolyme P2 với sự có mặt của copolyme P1 và tùy ý của chất khơi mào gốc như peroxit. Do đó, các mạch phát triển được sinh ra trong quá trình polyme hóa của copolyme P2 có thể được ghép lên các chuỗi được sản xuất và được hoàn thành của copolyme P1. Cụ thể, chất khơi mào gốc có thể loại bỏ các nguyên tử hydro trên các chuỗi này, do đó tạo ra các gốc mà chúng có thể được kết hợp để tạo ra các liên kết cộng hóa trị giữa các copolyme P1 và P2.

Theo phương án cụ thể này, polyme nhiều pha thu được có thể được sắp xếp sau khi nhũ hóa, trong nước, nhằm để thu được cấu trúc tương tự như lõi/vỏ, copolyme thứ nhất P1 tạo thành “lõi” và copolyme thứ hai P2 tạo thành “vỏ”. Tuy

nhien, ký hiệu “lõi/vỏ” không nên được hiểu là để chỉ hạt mà trong đó phần “lõi” được bọc hoặc được bao hoàn toàn bởi phần “vỏ”, mà là để chỉ hạt mà hình thể được điều chỉnh có hai pha riêng biệt.

Các điển đạt “nhựa có thể hòa tan trong môi trường hữu cơ” có nghĩa là, nhựa này không có cấu trúc liên kết ngang, trong trường hợp này (nếu được liên kết ngang) nó có thể không hòa tan trong dung môi bất kỳ (môi trường hữu cơ). Một cách chính xác hơn nữa, thực tiễn nhựa này có thể hòa tan, nghĩa là nó có cấu trúc mạch thẳng hoặc mạch nhánh, nó không thể được liên kết ngang, và do đó nó có thể hòa tan trong môi trường hữu cơ.

Theo một phương án ưu tiên, các copolyme P1 và P2 của nhựa mỗi loại chứa ít nhất một nhóm amin bậc ba.

Cụ thể hơn nữa, copolyme P1 riêng biệt, hoặc hai copolyme P1 và P2, chứa ít nhất một monome không no về mặt etylen chứa ít nhất một nhóm amin bậc ba a), và tốt hơn là monome aminoalkyl (met)acrylat trong đó alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh nêu trên bao gồm từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon.

Đối với mục đích của sáng chế, cách diễn đạt “copolyme X chứa monome Y” hoặc “copolyme X bao gồm monome Y” nghĩa là, copolyme X bao gồm một đơn vị thu được từ quá trình polyme hóa của monome Y. Nói cách khác, điều này có nghĩa là, copolyme X thu được bằng cách polyme hóa hợp phần bao gồm monome Y.

Cụ thể, monome a) có thể được chọn từ 2-dimetylaminoetyl metacrylat (DMAEMA), 2-(dimetylamino)etyl acrylat (DMAEA), 2-dietylaminoetyl metacrylat, 2-(dietylamino)etyl acrylat, N-(3-(N,N-dimetylamino)propyl)acrylamit, N-(3-(N,N-dimetylamino)propyl)metacrylamit, 3-(dimetylamino)propyl acrylat, 3-(dimetylamino)propyl metacrylat, 3-(dietylamino)propyl acrylat, 3-(dietylamino)propyl metacrylat, 4-(N,N-dimetylamino)styren, 4-(N,N-dietylamino)styren, 4-vinylpyridin, 2-dimetylaminoetyl vinyl ete, 2-dietylaminoetyl vinyl ete, 3-dimetylaminoethyl

vinyl ete, 3-diethylaminopropyl vinyl ete, 4-dimethylaminobutyl vinyl ete và 6-dimethylaminoethyl vinyl ete và hỗn hợp của chúng.

Tốt hơn là, monome a) được chọn từ 2-dimethylaminoethyl metacrylat (DMAEMA), 2-(dimethylamino)ethyl acrylat (DMAEA), 2-diethylaminoethyl metacrylat và 2-(diethylamino)ethyl acrylat.

Monome nêu trên a) tốt hơn tương ứng với 1% đến 20%, và tốt hơn nữa từ 5% đến 15%, theo khối lượng của tổng khối lượng của nhựa hữu cơ nêu trên.

Theo phương án cụ thể, monome a) nêu trên tương ứng từ 1% đến 15%, và tốt hơn từ 5% đến 15%, theo khối lượng của tổng khối lượng của copolyme P1 nêu trên.

Theo phương án cụ thể, monome a) nêu trên tương ứng từ 0 đến 15%, và tốt hơn từ 1% đến 15%, theo khối lượng của tổng khối lượng của copolyme P2 nêu trên.

Theo lựa chọn được ưu tiên, monome a) nêu trên tương ứng từ 1% đến 15%, và tốt hơn từ 5% đến 15%, theo khối lượng của tổng khối lượng của copolyme P1 nêu trên, và từ 0 đến 10%, và tốt hơn từ 1% đến 5%, theo khối lượng của tổng khối lượng của copolyme P2 nêu trên.

Đối với các mục đích của sáng chế, cách diễn đạt “monome Y chiếm 1% đến 20% theo khối lượng của tổng khối lượng của nhựa Z (hoặc của copolyme X)” nghĩa là, các đơn vị có nguồn gốc từ quá trình polyme hóa của monome Y chiếm 1% đến 20% theo khối lượng của tổng khối lượng của nhựa Z (hoặc của copolyme X)”. Nói cách khác, điều này có nghĩa rằng, nhựa Z (hoặc copolyme X) thu được bằng cách polyme hóa hợp phần bao gồm 1% đến 20% theo khối lượng của monome Y so với tổng khối lượng của các monome trong hợp phần.

Theo phương án được ưu tiên khác, các copolyme P1 và/hoặc P2, và tốt hơn là cả P1 và P2, là các copolyme acrylic, vinyl và/hoặc vinyl-acrylic, bao gồm các copolyme styren-acrylic.

Tốt hơn, các copolyme P1 và/hoặc P2, và tốt hơn cả P1 và P2, bao gồm ít nhất một monome không no về mặt etylen b).

Monome b) là khác với các monome a), c) d) và e). Do vậy, monome b) không bao gồm nhóm được chọn từ nhóm axit carboxylic, amin bậc ba, hydroxyl và alkoxyl hóa hoặc polyalkoxyl hóa.

Các copolyme P1 và/hoặc P2, và tốt hơn cả P1 và P2, có thể bao gồm hỗn hợp của các monome b).

Monome b) tốt hơn được chọn từ alkyl (met)acrylat trong đó alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh nêu trên bao gồm ít nhất 4 nguyên tử cacbon, và tốt hơn từ 4 đến 36 nguyên tử cacbon, các monome có cấu trúc vòng béo với ít nhất 6 nguyên tử cacbon, và tốt hơn từ 6 đến 18 nguyên tử cacbon, hoặc từ ít nhất một este của các axit béo C_{18} đến C_{36} với hydroxyalkyl (met)acrylat hoặc ít nhất một este của rượu vinylic với ít nhất một axit mạch thẳng hoặc mạch nhánh bao gồm ít nhất 6 nguyên tử cacbon, tốt hơn ít nhất 9 nguyên tử cacbon, và cụ thể hơn nữa từ 9 đến 36 nguyên tử cacbon, acrylonitril, vinyl este, vinyl monome thơm bao gồm từ 6 đến 18 nguyên tử cacbon, như styren và các dẫn xuất của nó bao gồm (ortho, meta, para) vinyltoluen, α -methylstyren, tert-butylstyren, para-butylstyren và para-dexylstyren. Thậm chí được ưu tiên hơn nữa, monome b) nêu trên được chọn từ ít nhất một monome từ nhóm gồm metyl, butyl, lauryl, isodexyl, dexyl, dodexyl, stearyl, 2-ethylhexyl, isooctyl, 2-octyl, 2-octyldexyl, 2-octyldodexyl và tridexyl (met)acrylat, este (monoeste) của dime axit béo (C_{36}) với hydroxyalkyl (met)acrylat, glycidyl (met)acrylat este của axit carboxylic no phân nhánh C_{10} , cụ thể là phân nhánh cao C_{10} , như glycidyl (met)acrylat este của axit versatic, glycidyl este nêu trên đã được biết dưới tên "Cardura® E10" hoặc glycidyl (met)acrylat este của axit carboxylic phân nhánh C_9 , cụ thể là phân nhánh cao C_9 hoặc vinyl este của axit carboxylic phân nhánh C_{10} , cụ thể là phân nhánh cao C_{10} , như axit versatic đã được biết dưới tên thương mại là VeoVa 10 hoặc vinyl este của axit carboxylic no phân nhánh C_9 , cụ thể là phân nhánh cao C_9 , đã được biết

dưới tên thương mại VeoVa 9, vinyl este của axit béo C_{18} , của dime axit béo (C_{36}) hoặc monome có cấu trúc vòng béo như isobornyl, isophoryl, tert-butylxyclohexyl hoặc 3,3,5-trimethylxyclohexyl (met)acrylat, xyclohexyl metacrylat, este của monoalkyl este (este-axit), trong đó alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh nêu trên là C_1 - C_{18} alkyl, của axit m- hoặc p-hexahydrophthalic (hoặc axit 1,3- hoặc 1,4-xyclohexandioic được monoeste hóa bởi nhóm C_1 - C_{18} alkyl) với hydroxyalkyl (met)acrylat, và styren và các dẫn xuất của nó. Các monome b) được ưu tiên nhất được chọn từ metyl, butyl, lauryl, isodexyl, dexyl, dodexyl, stearyl, 2-ethylhexyl, isooctyl, 2-octyl, 2-octyldexyl, 2-octyldodexyl và tridexyl (met)acrylat, và styren và các dẫn xuất của nó.

Monome b) nêu trên tốt hơn tương ứng từ 20% đến 99%, và tốt hơn nữa từ 50% đến 99%, và tốt hơn nữa từ 60% đến 90%, theo khối lượng của tổng khối lượng của nhựa hữu cơ nêu trên. Monome b) nêu trên tốt hơn là tương ứng từ 80% đến 99%, và tốt hơn nữa từ 85% đến 95%, theo khối lượng của tổng khối lượng của copolyme P1. Monome b) nêu trên tốt hơn là tương ứng từ 65% đến 90%, và tốt hơn nữa từ 70% đến 80%, theo khối lượng của tổng khối lượng của copolyme P2.

Theo phương án được ưu tiên khác, copolyme P2 bao gồm ít nhất một monome không no về mặt etylen chứa ít nhất một nhóm axit carboxylic c).

Thuật ngữ "nhóm axit carboxylic" nghĩa là nhóm $-COOH$ và các dẫn xuất của nó. Các dẫn xuất axit carboxylic là các nhóm mà có thể tạo ra một hoặc hai nhóm $-COOH$ bằng cách thủy phân, cụ thể là các anhydrit ($-C(=O)-O-C(=O)-$). Các anhydrit có thể có mạch thẳng hoặc vòng.

Tốt hơn, monome c) được chọn từ các monome sau: axit (met)acrylic, axit itaconic và anhydrit, axit maleic và anhydrit, axit fumaric, axit crotonic và anhydrit, axit tetrahydrophthalic và anhydrit, hemieste của axit dicarboxylic với hydroxyalkyl (met)acrylat trong đó alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh nêu trên bao gồm từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon, và tùy ý có thể được alkoxyl hóa, cụ thể

với nhóm alkoxy bao gồm từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon, hemieste của axit dicarboxylic với oligome polyete-mono(met)acrylat hoặc polyeste-mono(met)acrylat monohydroxyl hóa, tốt hơn là các oligome polyete diol hoặc polyeste diol dùng làm cơ sở của các oligome được (met)acrylat chứa nhóm chức axit carboxylic có khối lượng phân tử trung bình số M_n (được tính toán bằng cách đo các chức năng cuối) thấp hơn 1000 và tốt hơn là thấp hơn 500.

Theo một lựa chọn đặc biệt được ưu tiên, copolyme P2 bao gồm ít nhất một monome c) được lựa chọn từ axit (met)acrylic và axit itaconic, và thậm chí tốt hơn nữa là axit (met)acrylic.

Theo phương án thậm chí được ưu tiên hơn nữa, copolyme P1 không có nhóm axit carboxylic.

Monome c) nêu trên tốt hơn tương ứng từ 0,5% đến 10%, và tốt hơn nữa từ 1% đến 5%, theo khối lượng của tổng khối lượng của nhựa hữu cơ nêu trên. Monome c) nêu trên tốt hơn tương ứng từ 0,5% đến 10%, và tốt hơn nữa từ 1% đến 5%, theo khối lượng của tổng khối lượng của copolyme P2.

Theo phương án được ưu tiên khác, copolyme P2 bao gồm ít nhất một nhóm được alkoxy hóa hoặc polyalkoxyl hóa.

Tốt hơn, copolyme P2 bao gồm ít nhất một monome không no về mặt etylen chứa ít nhất một nhóm được alkoxy hóa hoặc polyalkoxyl hóa d), và tốt hơn là mono(met)acrylat monome alkoxy hóa hoặc mono(met)acrylat monome polyalkoxyl hóa được chọn từ etealkyl mono(met)acrylat trong đó alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh nêu trên tốt hơn bao gồm từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon (như 2-metoxyletyl acrylat), alkoxy-polyalkylen glycol mono(met)acrylat, và aryloxy-polyalkylen glycol mono(met)acrylat. Thậm chí tốt hơn nữa, monome d) nêu trên là alkoxy-polyalkylen glycol mono(met)acrylat monome được chọn từ metoxy polyetylen glycol mono(met)acrylat hoặc etoxy polyetylen glycol mono(met)acrylat, tốt hơn có trọng lượng phân tử trung bình số M_n nằm trong khoảng từ 150 đến 1000 g/mol, và tốt hơn nữa từ 300 đến 600 g/mol, và thậm chí

tốt hơn nữa là metoxy polyetylen glycol (350) metacrylat hoặc 2-(2-etoxyetoxy)etyl acrylat.

Monome d) nêu trên tốt hơn là tương ứng từ 0 đến 10%, và tốt hơn nữa từ 1% đến 10%, và thậm chí tốt hơn nữa từ 0,5% đến 5%, theo khối lượng của tổng khối lượng của nhựa hữu cơ nêu trên. Monome d) nêu trên tốt hơn là tương ứng từ 0 đến 10%, và tốt hơn nữa từ 1% đến 10%, và thậm chí tốt hơn nữa từ 0,5% đến 5%, theo khối lượng của tổng khối lượng của copolyme P2.

Theo một phương án thậm chí được ưu tiên hơn nữa, copolyme P1 không có nhóm alkoxyl hóa hoặc mạch bên polyalkoxyl hóa (polyete) (dẫn xuất từ monome chứa nhóm alkoxyl hóa nêu trên hoặc mạch bên polyalkoxyl hóa (polyether) nêu trên).

Theo phương án được ưu tiên khác, copolyme P2 bao gồm ít nhất một nhóm hydroxyl hóa.

Tốt hơn, copolyme P2 nêu trên bao gồm ít nhất một monome không no về mặt etylen chứa ít nhất một nhóm hydroxyl hóa e), và thậm chí tốt hơn nữa monome được chọn từ hydroxyetyl (met)acrylat (HE(M)A), hydroxypropyl (met)acrylat, và hydroxybutyl (met)acrylat.

Monome e) nêu trên tốt hơn là tương ứng từ 0 đến 10%, và tốt hơn nữa từ 0 đến 5%, theo khối lượng của tổng khối lượng của nhựa hữu cơ nêu trên. Monome e) nêu trên tốt hơn là tương ứng từ 0 đến 10%, và tốt hơn nữa từ 0 đến 5%, theo khối lượng của tổng khối lượng của copolyme P2.

Các copolyme P1 và/hoặc P2 có thể cũng bao gồm các monome tùy ý khác có mặt để điều chỉnh tính năng cuối cùng của nhựa tùy thuộc vào việc sử dụng của nó. Chúng khác với các monome a), b), c), d) và e), và có thể chứa các nhóm chức khác với các monome nêu trên. Các monome tùy ý khác này không chứa nhóm bất kỳ có khả năng phản ứng với nhóm chức của monome thành phần khác

của nhựa nêu trên, phản ứng liên kết ngang bất kỳ trong bào chế nhựa nêu trên được loại trừ.

Điều này có nghĩa rằng, hợp phần của nhựa được chọn sao cho không có phản ứng bên trong nào (liên kết ngang) có thể xảy ra giữa hai monome thành phần của nhựa nêu trên. Trên thực tế, không có phản ứng liên kết ngang bên trong nào ở nhựa nêu trên có thể xảy ra do monome riêng biệt hoặc do hai hoặc nhiều monome phản ứng với nhau. Cụ thể, theo định nghĩa, nhựa nêu trên có khả năng hòa tan trong môi trường hữu cơ và do đó không thể ở dạng liên kết ngang ở cấu trúc bên trong của nó.

Đối với ví dụ về các monome tùy ý khác, có thể kể đến các monome sau, với điều kiện là, có sự phân biệt hóa đối với các monome a), b), c), d) và e): monome chứa nhóm amit như acrylamit, monome chứa nhóm ureido, monome chứa nhóm axetoaxetoxy, monome không no về mặt etylen bao gồm nhóm béo thẳng hoặc phân nhánh có ít hơn 4 nguyên tử cacbon.

Copolymer P1 tốt hơn là không có bất kỳ nhóm hydroxyl hóa nào.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, nhựa theo sáng chế không có bất kỳ nhóm anhydrit nào.

Copolymer P1 tốt hơn là kỵ nước hơn so với copolymer P2.

Đối với các mục đích theo sáng chế, polyme “kỵ nước” được hiểu nghĩa là, polyme bao gồm các monome kỵ nước, có nghĩa là có ít ái lực với nước hoặc ít hòa tan trong nước. Một phương pháp để xác định tính kỵ nước là xác định hệ số phân tán của chất cần được đánh giá, giữa octanol và nước, với tính kỵ nước được biểu diễn ở dạng logarit của hệ số phân tán này. Trị số kỵ nước logKow của monome là giá trị ước lượng được tính toán từ logarit của hệ số phân tán (logP) giữa octanol và nước, thông qua phương pháp đóng góp của các nguyên tử và các đoạn cấu trúc của phân tử, sử dụng giá trị ước lượng này, phần mềm EPI (Estimation Program Interface) Suite® đã biết là KowWin từ SRC (Syracuse

Research Corporation). Phương pháp và chương trình epi 4.11 sử dụng cho phép tính toán logKow này (ước lượng) đối với các monome có sẵn tại địa chỉ <http://www.epa.gov/oppt/exposure/pubs/episuite.htm>. Phương pháp này được mô tả bởi W. M. Meylan và P. H. Howard năm 1995 trong tài liệu “Atom/fragment contribution method for estimating octanol-water partition coefficients” trong Pharm. Sci. 84: 83-92. Hệ số phân tán P tương ứng với tỷ lệ của nồng độ hóa học ở pha octanol so với nồng độ hóa học ở pha nước trong hệ có hai pha cân bằng. Đối với copolyme, cụ thể như nhựa được xác định theo sáng chế, trị số kỵ nước hoàn toàn theo sáng chế dựa vào logarit của hệ số phân tán octanol/nước được xác định là giá trị trọng lượng trung bình so với tất cả các monome thành phần của nhựa và cụ thể nó được lượng tính bằng trọng lượng trung bình so với tất cả các monome thành phần, từ các trị số logKow riêng biệt được tính toán bằng phương pháp KowWin, như được mô tả ở trên.

Do vậy, sự chênh lệch về tính kỵ nước giữa P1 và P2, được biểu diễn ở dạng logarit của hệ số phân tán octanol/nước, cụ thể là logKow theo phương pháp KowWin mô tả ở trên, ít nhất là 0,15 đơn vị, và tốt hơn ít nhất là 0,25 đơn vị, và thậm chí tốt hơn nữa ít nhất là 0,30 đơn vị, và P1 có chỉ số axit là 0 hoặc cơ bản là 0 hoặc thấp hơn đáng kể so với chỉ số axit của P2.

Theo phương án được ưu tiên theo sáng chế, các copolyme P1 và P2 có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh khác nhau, tốt hơn là với P2 có Tg cao hơn P1, cụ thể ít nhất cao hơn 5°C, và tốt hơn ít nhất cao hơn 10°C so với Tg của P1. Copolyme P1 tốt hơn có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh nằm trong khoảng từ -40°C đến 120°C, và copolyme P2 tốt hơn có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh nằm trong khoảng từ -35°C đến 125°C.

Nhựa theo sáng chế tốt hơn có trị số axit ít nhất là 5, và tốt hơn nằm trong khoảng từ 10 đến 60 mg KOH/g.

Nhựa theo sáng chế tốt hơn có giá trị amin ít nhất là 3, và tốt hơn nằm trong khoảng từ 5 đến 50 mg KOH/g.

Nhựa theo sáng chế tốt hơn có khối lượng phân tử trung bình số M_n , được đo bằng GPC (ở dạng đương lượng polystyren, trong THF) nằm trong khoảng từ 500 đến 20000 g/mol, và tốt hơn từ 1000 đến 8000 g/mol.

Nhựa theo sáng chế tốt hơn có khối lượng phân tử trung bình khối M_w , được đo bằng phương pháp sắc ký loại trừ kích thước, nằm trong khoảng từ 5000 đến 50000 g/mol, và tốt hơn từ 10000 đến 20000 g/mol.

Nhựa theo sáng chế có thể ở dạng dung dịch trong ít nhất một chất pha loãng hữu cơ, tốt hơn là chất pha loãng hữu cơ phân cực có hàm lượng theo khối lượng của nhựa nằm trong khoảng từ 70% đến 98%, và tốt hơn nằm trong khoảng từ 80% đến 95%. Do vậy, chất pha loãng hữu cơ tốt hơn chứa ít nhất một nhóm phân cực. Đối với ví dụ thích hợp về các chất pha loãng như vậy, có thể kể đến các loại bao gồm các nhóm este, ete, sulfoxit, amit, rượu, keton hoặc nhóm aldehyt. Chất pha loãng hữu cơ tốt hơn được chọn từ glycol ete, và tốt hơn nữa từ etylen glycol, propylen glycol, dipropylen glycol, và butyl glycol. Chất pha loãng nêu trên cần phải không phản ứng với các nhóm chức sinh ra bởi nhựa theo sáng chế.

Nhựa theo sáng chế tốt hơn có thể tự phân tán trong nước sau khi trung hòa, không cần bổ sung chất hoạt diện hoặc chất phân tán. Thuật ngữ "nhựa có thể tự phân tán" nghĩa là nhựa có khả năng phân tán tự nhiên trong pha nước cơ bản khi khuấy nhẹ nhàng. Khả năng này cụ thể là do sự có mặt của các nhóm có thể ion hóa được trên nhựa, cụ thể do sự có mặt của các nhóm axit carboxylic mà chúng có thể được trung hòa bằng cách bổ sung bazơ.

Do đó, đối tượng thứ hai theo sáng chế đề cập đến hệ phân tán nhựa dạng nước, hệ phân tán này bao gồm ít nhất một nhựa như được xác định theo sáng chế ở dạng phân tán trong nước, nhựa nêu trên được trung hòa một phần hoặc hoàn toàn. Trung hòa hoàn toàn hoặc một phần để chỉ nhóm axit carboxylic của nhựa nêu trên. Theo phương án cụ thể, hệ phân tán trong nước nêu trên không có bất kỳ chất hoạt diện nào. Điều này có nghĩa rằng, nhựa nêu trên, do thành phần và

cấu trúc đặc trưng của nó, có khả năng tạo ra hệ phân tán ổn định không cần bất kỳ chất hoạt diện nào.

Việc trung hòa có thể được thực hiện bằng bazơ hữu cơ, mà trong các điều kiện trung hòa sẽ trung hòa chọn lọc các nhóm axit carboxylic của nhựa nêu trên mà không ảnh hưởng bất lợi tới các nhóm khác của nhựa nêu trên. Tác nhân trung hòa tốt hơn là amin hữu cơ, tốt hơn nữa là amin bậc hai (như dietanolamin, N-metyletanolamin, dimetylamin, dibutylamin) hoặc amin bậc ba, và thậm chí tốt hơn nữa là chứa ít nhất một nhóm hydroxy, ví dụ như dimethylaminoetanol (DMAE) hoặc trietanolamin (TEOH).

Theo phương án được ưu tiên, hệ phân tán theo sáng chế được trung hòa một phần với mức độ trung hòa ít nhất 40%, và tốt hơn là ít nhất 50% các nhóm axit carboxylic của nhựa nêu trên.

Hệ phân tán trong nước theo sáng chế tốt hơn không chứa chất hoạt diện và chất phân tán.

Trong hệ phân tán theo sáng chế, các hạt polyme tốt hơn có kích thước từ 50 đến 300 nm, tốt hơn nữa từ 80 đến 200 nm, và thậm chí tốt hơn nữa từ 100 đến 150 nm. Cỡ hạt của các hạt polyme được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng động.

Hệ phân tán theo sáng chế có thể có hàm lượng rắn nằm trong khoảng từ 30% đến 60%, và tốt hơn từ 40% đến 60%. Hàm lượng này có thể được đo theo phương pháp ISO 3251.

Độ nhớt Brookfield của hệ phân tán trong nước theo sáng chế, được đo ở nhiệt độ 25°C, tốt hơn nằm trong khoảng từ 50 đến 1500 mPa.s, tốt hơn nữa từ 200 đến 1000 mPa.s, và thậm chí tốt hơn nữa từ 400 đến 800 mPa.s. Độ nhớt như vậy cho phép sự phối chế dễ dàng hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần cuối cùng, không ảnh hưởng bất lợi tới các điều kiện áp dụng của nó.

Đối tượng thứ ba theo sáng chế đề cập đến quy trình điều chế hệ phân tán nhựa dạng nước theo sáng chế bao gồm các bước sau:

i- điều chế nhựa theo sáng chế trong dung dịch trong ít nhất một chất pha loãng hữu cơ, và tốt hơn là trong ít nhất một chất pha loãng hữu cơ phân cực,

ii- trung hòa một phần hoặc hoàn toàn các nhóm axit carboxylic của nhựa nêu trên, tốt hơn bằng cách bổ sung amin, và tốt hơn nữa bằng cách bổ sung dung dịch dimethylaminoethanol (DMAE) hoặc trietanolamin (TEOH), mà không ảnh hưởng bất lợi đến các nhóm khác của nhựa nêu trên,

iii- điều chế hệ phân tán trong nước của nhựa nêu trên bằng cách bổ sung nước cho tới khi đảo pha, tốt hơn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 80°C.

Trong quy trình theo sáng chế, nhựa nêu trên có thể là nhựa acrylic, vinyl hoặc vinyl-acrylic, bao gồm nhựa styren-acrylic, và trong trường hợp này, bước i- điều chế nhựa nêu trên được thực hiện bằng cách polyme hóa gốc trong môi trường dung môi.

Cụ thể hơn nữa, bước i trong điều chế nhựa nêu trên bao gồm việc điều chế các copolyme P1 và P2 nêu trên theo hai bước liên tục i1 và i2 trong cùng thiết bị phản ứng:

i1- điều chế, trong dung dịch, copolyme thứ nhất P1 như được xác định theo sáng chế, và

i2- điều chế copolyme thứ hai P2 như được xác định theo sáng chế, trong cùng thiết bị phản ứng đã chứa copolyme thứ nhất P1 nêu trên,

các copolyme P1 và P2 nêu trên sau đó được copolyme hóa với nhau, tốt hơn bằng cách polyme hóa gốc.

Quy trình theo sáng chế có thể cũng bao gồm bước bổ sung iv- loại bỏ chất pha loãng hữu cơ, tốt hơn bằng cách cất phần nhẹ bằng hơi nước hoặc cất phần nhẹ bằng khí trơ.

Quy trình theo sáng chế có thể cũng bao gồm bước bổ sung v- điều chỉnh dung dịch pha loãng cuối cùng của hệ phân tán trong nước nêu trên đối với hàm lượng rắn đích cuối cùng.

Sáng chế cũng đề cập đến hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần, và cụ thể hơn nữa đề cập đến hợp phần phủ có thể liên kết ngang hai thành phần, không chứa isoxyanat bao gồm ít nhất một nhựa theo sáng chế hoặc ít nhất một hệ phân tán trong nước theo sáng chế, trong môi trường dung môi hữu cơ hoặc trong môi trường nước, và tốt hơn là trong môi trường nước.

Theo phương án được ưu tiên, hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần nêu trên bao gồm ít nhất một nhựa theo sáng chế hoặc ít nhất một hệ phân tán trong nước theo sáng chế, và nhựa epoxy làm chất liên kết ngang. Tốt hơn, hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần theo sáng chế là hợp phần phản ứng hai thành phần bao gồm nhựa epoxy trong hệ phân tán trong nước hoặc được pha loãng trong nước. Nhựa epoxy nêu trên phản ứng với nhựa theo sáng chế trong quá trình bổ sung của nó để phát triển không thể đảo ngược theo thời gian về phía lớp phủ liên kết ngang tạo thành mạng lưới polyme có khối lượng phân tử không xác định và có cấu trúc ba chiều. Do đó, chất liên kết ngang epoxy sẽ được bổ sung ngay trước khi sử dụng cuối và ứng dụng hợp phần phủ có thể liên kết ngang.

Nhựa epoxy sử dụng làm chất liên kết ngang trong hợp phần phản ứng hai thành phần theo sáng chế tốt hơn có hàm lượng epoxy lớn hơn 5 mg KOH/g, và thậm chí tốt hơn nữa lớn hơn 15 mg KOH/g. Hàm lượng rắn của nhựa epoxy nêu trên tốt hơn thay đổi từ 30% đến 100%.

Hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần theo sáng chế tốt hơn không chứa chất xúc tác dựa vào các dẫn xuất kim loại.

Theo trường hợp được ưu tiên đặc biệt, hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần theo sáng chế nêu trên bao gồm chất pha loãng hữu cơ của nhựa nêu

trên trong dung dịch và chất pha loãng nêu trên phản ứng với nhựa epoxy nêu trên (chất liên kết ngang) như được xác định ở trên.

Nhựa nêu trên tốt hơn bao gồm ít nhất một monome được lựa chọn từ etylen oxit, propylen oxit, glyxidyl (met)acrylat, sản phẩm phản ứng của epihalohydrin như epiclohydrin với rượu polyhydric hoặc phenol như bisphenol A hoặc bisphenol F.

Nhựa epoxy nêu trên có thể được bổ sung vào hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần, ở dạng nguyên như vậy và được phân tán/hòa tan trong hợp phần nêu trên, hoặc ở dạng hệ phân tán trong nước hoặc dung dịch được tạo sẵn.

Theo phương án được ưu tiên theo sáng chế, hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần là hợp phần phủ từ trong sơn, vecni, mực, chất kết dính, keo, và tốt hơn là hợp phần phủ nước được chọn từ các hợp phần sơn nước hoặc vecni.

Đối tượng khác theo sáng chế đề cập đến nền được phủ bằng hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần theo sáng chế, nền nêu trên tốt hơn được chọn từ các nền được tạo ra từ kim loại, thủy tinh, gỗ, bao gồm giấy bìa và gỗ dán, chất dẻo, kim loại, bê tông, thạch cao, composit, nguyên liệu dệt.

Sáng chế cũng đề cập đến việc sử dụng nhựa theo sáng chế hoặc hệ phân tán trong nước theo sáng chế, trong hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần bao gồm nhựa epoxy làm chất liên kết ngang. Cụ thể hơn nữa, sáng chế đề cập việc sử dụng nhựa theo sáng chế hoặc hệ phân tán trong nước theo sáng chế, trong điều chế hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần được chọn từ các hợp phần phủ nước, tốt hơn là các hợp phần sơn nước, vecni, mực, chất kết dính hoặc keo, và thậm chí tốt hơn nữa là các hợp phần sơn nước hoặc vecni.

Theo việc sử dụng này, hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần nêu trên có thể là các hợp phần phủ bảo vệ, cụ thể các hợp phần phủ trên cùng hoặc các hợp phần phủ chống ăn mòn, hoặc các hợp phần phủ trang trí. Các hợp phần phủ này có các đặc điểm tính năng độ bền cao với sự mài mòn và sự ăn mòn

và/hoặc với sử dụng cường độ mạnh trong các điều kiện thời tiết khắc nghiệt của việc sử dụng bên ngoài liên tục và đặc biệt thích hợp trong các ứng dụng trong các lĩnh vực sau: cải tạo và xây dựng đường sắt, phương tiện xe cơ giới, vận tải đường bộ, đường biển, đường hàng không, máy móc nông nghiệp, máy móc công trình công cộng, tuabin gió, giàn khoan dầu, đồ chứa, các kết cấu kim loại, khung kim loại, giàn ống hoặc các công trình tòa nhà bao gồm đồ gỗ, sàn gỗ, nghề mộc và kết cấu khung giàn.

Sau cùng, đối tượng cuối cùng của sáng chế nhằm vào sản phẩm liên kết ngang cuối cùng thu được. Đó là sản phẩm liên kết ngang xuất phát từ việc sử dụng nhựa theo sáng chế hoặc hệ phân tán trong nước theo sáng chế, với nhựa epoxy làm chất liên kết ngang.

Ngoài các cách sắp xếp nêu trên, sáng chế cũng bao gồm các cách sắp xếp khác mà sẽ xuất hiện từ phần mô tả còn lại sau đây, phần này đề cập đến các ví dụ tổng hợp nhựa hữu cơ và hệ phân tán trong nước của nhựa theo sáng chế, và đến các ví dụ so sánh, và cũng đề cập đến việc đánh giá chúng trong hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các phương pháp đo

Trong đơn sáng chế này, các phương pháp đo sau được sử dụng:

Đo hàm lượng rắn của nhựa hữu cơ: theo ISO 3251: 2019 (1 g nhựa trong dung dịch trong 1 giờ ở nhiệt độ 125°C).

Trị số axit của nhựa: theo tiêu chuẩn ISO 2114: 2000 (được biểu thị bằng mg của KOH trên mỗi g nhựa khô).

Đo trọng lượng phân tử trung bình số M_n và trọng lượng phân tử trung bình trọng lượng M_w : bằng GPC trong THF với việc hiệu chỉnh dựa trên các tiêu chuẩn polystyren đơn phân tán, với M_n được biểu thị ở dạng các đương lượng polystyren. Các điều kiện đo là như sau:

Cột dựa trên gel polystyren-divinylbenzen liên kết ngang (PS-DVB) (2 cột MIXED-D (tham chiếu 1110-6504) + 1 cột 100 Å (tham chiếu 1110-6520) + 1 cột 50 Å (tham chiếu 1110-6515), (7,8 mm) x 300 mm) có bán tại Agilent

Dung môi rửa giải: THF

Pha động (THF) tốc độ dòng: 1 ml/phút,

T°: 35°C,

Dò phát hiện RI

Hiệu chỉnh: Tiêu chuẩn PS (Mw: 465 600, 364 000, 217 000, 107 100, 45 120, 19 500, 9570, 4750, 3090, 1230, 580, 162 g/mol).

Đo độ pH của nhũ tương: được đo theo tiêu chuẩn ISO 976: tiêu chuẩn 2013.

Đo độ nhớt của hệ phân tán trong nước: được đo trên thiết bị đo độ nhớt Brookfield (theo tiêu chuẩn ISO 2555: tiêu chuẩn 2018) ở nhiệt độ 25°C.

Cỡ hạt trung bình và chỉ số đa phân tán: được đo bằng nhiễu xạ ánh sáng theo tiêu chuẩn ISO 22412: tiêu chuẩn 2017.

Độ cứng Persoz: Độ cứng Persoz được đo sau khi áp dụng bằng thiết bị phủ màng bằng hợp phần sơn ướt với độ dày 350 µm trên tấm thép QD46 (trong phòng điều hòa không khí ở nhiệt độ 23°C và độ ẩm tương đối 50%). Độ cứng Persoz được đo sử dụng quả lắc trong 14 ngày theo tiêu chuẩn NF EN ISO 1522 tháng 3 năm 2007 (trong phòng điều hòa không khí ở nhiệt độ 23°C và độ ẩm tương đối 50%).

Độ bóng 20°/60°: Độ bóng được đo sau khi phủ bằng thiết bị phủ màng bằng hợp phần sơn ướt với độ dày 350 µm trên tấm thép QD412 (trong phòng điều hòa không khí ở nhiệt độ 23°C và độ ẩm tương đối 50%) và làm khô trong 24 giờ. Phép đo độ bóng ở 20° và 60° được thực hiện theo tiêu chuẩn NF EN ISO

2813 tháng 9 năm 1999 (trong phòng điều hòa không khí ở nhiệt độ 23°C và độ ẩm tương đối 50%).

Độ dày làm khô: Độ dày làm khô được đo sau khi phủ bằng thiết bị phủ màng bằng hợp phần sơn ướt với độ dày 350 μm trên các kiểu tấm khác nhau: Tấm thép QD412, tấm thép QD46 và tấm thép S46 (trong phòng điều hòa không khí ở nhiệt độ 23°C và độ ẩm tương đối 50%) và làm khô trong 24 giờ. Các phép đo độ dày làm khô được thực hiện theo tiêu chuẩn NF EN ISO 2808 tháng 4 năm 2007. Kết quả thể hiện là giá trị trung bình của 5 lần đo.

Thời gian làm khô không bụi: Thời gian làm khô không bụi được đo sau khi phủ bằng thiết bị phủ màng bằng hợp phần sơn ướt với độ dày 350 μm trên tấm thép QD412 (trong phòng điều hòa không khí ở nhiệt độ 23°C và độ ẩm tương đối 50%). 15 phút sau khi phủ, màng được cho tiếp xúc với các hạt thủy tinh tại các thời gian khác nhau, sau đó được quét bụi bằng bàn chải cho tới khi các hạt được loại hoàn toàn ra khỏi bề mặt của sơn, để xác định thời gian làm khô không bụi của sơn theo tiêu chuẩn NF EN ISO 1517 vào tháng 6 năm 1995.

Độ bền hóa học: Độ bền hóa học được đánh giá sau khi phủ bằng thiết bị phủ màng bằng hợp phần sơn ướt với độ dày 350 μm trên tấm thép S46 (trong phòng điều hòa không khí ở nhiệt độ 23°C và độ ẩm tương đối 50%). Độ bền hóa học được đo sử dụng thiết bị thử nghiệm mài mòn tuyến tính Taber[®] sau khi làm khô màng trong một tuần trong phòng điều hòa không khí ở nhiệt độ 23°C và độ ẩm tương đối 50%. Độ bền methyl ethyl keton (MEK) của màng sơn được đánh giá bằng thời gian cần thiết (tính theo giây) để làm mòn bề mặt của sơn bằng khối lượng một kilôgam có trang bị bắc bông được nhúng trong MEK thực hiện các chuyển động qua lại trên lớp phủ cần được thử nghiệm, cho tới khi sơn hoàn toàn bị phá hủy.

Ví dụ 1: Điều chế nhựa hữu cơ theo sáng chế và hệ phân tán trong nước bao gồm nhựa nêu trên

Tổng hợp nhựa hữu cơ theo sáng chế:

180 g 2-butoxyetanol và 78 g polypropylen glycol ($M_n = 1000$ g/mol) được đưa vào trong bình phản ứng thể tích 2 lít. Sau đó, bình phản ứng được gia tăng lên 150°C trong điều kiện xả khí nitơ. Đồng thời, 465 g styren, 292,5 g methyl metacrylat, 213 g butyl acrylat, 42 g lauryl metacrylat, và 112,5 g 2-dimethylaminoethyl metacrylat được kết hợp để tạo ra copolyme P1 có $T_g = 41,2^\circ\text{C}$. Dung dịch chứa 33,8 g di-tert-butyl peroxit (DTBP) và 16,9 g tert-butyl peroctoat (TBPO) trong 50,6 g 2-butoxyetanol cũng được điều chế. Sau đó, hai hợp phần này được đưa đồng thời vào trong bình phản ứng, trong thời gian 3 giờ ở nhiệt độ 150°C .

Khi hoàn thành việc bổ sung này, môi trường được giữ ở cùng nhiệt độ trong 30 phút, trước khi được làm nguội xuống 135°C .

Đồng thời, hỗn hợp của 90 g styren, 84 g methyl metacrylat, 93 g butyl acrylat, 13,5 g lauryl metacrylat, 42 g axit acrylic, 37,5 g 2-dimethylaminoethyl metacrylat và 15 g metoxy polyetylen glycol monometacrylat (để tạo ra copolyme P2 có $T_g = 23,8^\circ\text{C}$), và tương tự, dung dịch chứa 11,25 g DTBP và 5,63 g TBPO trong 16,88 g 2-butoxyetanol được điều chế.

Hai hợp phần của copolyme P1 và P2 được đưa vào trong bình phản ứng ở nhiệt độ 135°C trong thời gian 2 giờ. Sau đó, nhiệt độ được duy trì không đổi ở 135°C trong 1 giờ nữa.

Hàm lượng rắn của nhựa hữu cơ thu được là 84,7%, trị số axit của nó là 24,2 mg KOH/g, và trị số amin theo tính toán của nó là 35,7 mg KOH/g. Khối lượng phân tử trung bình số M_n của nhựa này, được đo bằng GPC, với THF làm dung môi và với việc hiệu chỉnh sử dụng các polystyren đơn phân tán, là 2400 g/mol.

Điều chế hệ phân tán trong nước bao gồm nhựa hữu cơ theo sáng chế:

567,4 g nhựa hữu cơ điều chế theo cách như vậy được trung hòa một phần bằng cách bổ sung 111 mL dung dịch 10% thể tích chứa dimetyletanolamin trong

nước trong thời gian 10 phút. Trong bước này, nhiệt độ giảm từ 70°C xuống 65°C, và tốc độ khuấy được hiệu chỉnh ở 150 vòng/phút. Sau khi khuấy 15 phút ở nhiệt độ 65°C, 440 g nước được đưa vào trong 45 phút ở tốc độ khuấy 250 vòng/phút, với sự đảo pha trong quá trình bổ sung này. Hệ phân tán trong nước thu được sau đó được pha loãng bằng nước để thu được hàm lượng rắn là 43,6%, độ pH là 9,1, độ nhớt là 600 mPa.s, và cỡ hạt đo được là 142 nm với chỉ số đa phân tán là 0,041.

Hợp phần của nhựa hữu cơ trong ví dụ 1 theo sáng chế được tóm tắt trong bảng 1 dưới đây (các lượng được biểu thị bằng % khối lượng):

[Bảng 1]

	Copolyme P1	Copolyme P2	Nhựa hữu cơ
Monome	% khối lượng P1 (so với tổng khối lượng của các monome)	% khối lượng P2 (so với tổng khối lượng của các monome)	% khối lượng (so với tổng khối lượng của các monome)
Styren	31,0	6,0	37,0
Butyl acrylat	14,2	6,2	20,4
Metyl metacrylat	19,5	5,6	25,1
2-Dimethylaminoethyl metacrylat	7,5	2,5	10,0
Lauryl metacrylat	2,8	0,9	3,7

Axit acrylic	0	2,8	2,8
Metoxy-polyetylen glycol monometacrylat (SR550 từ Sartomer)	0	1,0	1,0

Ví dụ 2: Điều chế nhựa hữu cơ theo sáng chế (không có 2-dimethylaminoethyl metacrylat trong copolyme P2) và hệ phân tán trong nước bao gồm nhựa nêu trên
Tổng hợp nhựa hữu cơ theo sáng chế:

168 g 2-butoxyetanol và 72,8 g polypropylen glycol ($M_n = 1000$) được đưa vào trong bình phản ứng thể tích 2 lít. Sau đó, bình phản ứng được gia tăng lên 150°C trong điều kiện xả khí nitơ. Đồng thời, 420 g styren, 266 g methyl metacrylat, 184,8 g butyl acrylat, 39,2 g lauryl metacrylat, và 140 g 2-dimethylaminoethyl metacrylat được kết hợp để tạo ra copolyme P1 có $T_g = 44,6^\circ\text{C}$. Dung dịch chứa 31,5 g di-tert-butyl peroxit (DTBP) và 15,8 g tert-butyl peroctoat (TBPO) trong 47,25 g 2-butoxyetanol cũng được điều chế. Sau đó, hai hợp phần này được đưa đồng thời vào trong bình phản ứng, trong thời gian 3 giờ ở nhiệt độ 150°C .

Khi hoàn thành việc bổ sung này, môi trường được giữ ở cùng nhiệt độ trong 30 phút, trước khi được làm nguội xuống 135°C .

Đồng thời, hỗn hợp của 95,8 g styren, 85,4 g methyl metacrylat, 100,98 g butyl acrylat, 12,6 g lauryl metacrylat, 39,2 g axit acrylic, và 14 g metoxy polyetylen glycol monometacrylat (để tạo ra copolyme P2 có $T_g = 24,7^\circ\text{C}$), và tương tự, dung dịch chứa 10,5 g DTBP và 5,25 g TBPO trong 15,75 g 2-butoxyetanol được điều chế.

Hai hợp phần của copolyme P1 và P2 được đưa vào trong bình phản ứng ở nhiệt độ 135°C trong thời gian 2 giờ. Sau đó, nhiệt độ được duy trì không đổi ở 135°C trong 1 giờ nữa.

Hàm lượng rắn của nhựa hữu cơ thu được là 85,3%, trị số axit của nó là 27,0 mg KOH/g, và trị số amin theo tính toán của nó là 35,7 mg KOH/g. Khối lượng phân tử trung bình số M_n của nhựa này, khi được đo bằng GPC, với THF làm dung môi và với việc hiệu chỉnh sử dụng các polystyren đơn phân tán, là 3750 g/mol.

Điều chế hệ phân tán trong nước bao gồm nhựa hữu cơ theo sáng chế:

407 g nhựa hữu cơ điều chế theo cách như vậy được trung hòa một phần bằng cách bổ sung 86,92 mL dung dịch 10% thể tích chứa dimetyletanolamin trong nước trong thời gian 10 phút. Trong bước này, nhiệt độ giảm từ 90°C xuống 65°C, và tốc độ khuấy được hiệu chỉnh ở 150 vòng/phút. Sau khi khuấy 15 phút ở nhiệt độ 65°C, 291,69 g nước được đưa vào trong 45 phút ở tốc độ khuấy 250 vòng/phút, với sự đảo pha trong quá trình bổ sung này. Hệ phân tán trong nước thu được sau đó được pha loãng bằng nước để thu được hàm lượng rắn là 45,5%, độ pH là 8,3, độ nhớt là 230 mPa.s, và cỡ hạt đo được là 184 nm với chỉ số đa phân tán là 0,036.

Hợp phần của nhựa hữu cơ trong ví dụ 2 theo sáng chế được tóm tắt trong bảng 2 dưới đây (các lượng được biểu thị bằng % khối lượng):

[Bảng 2]

	Copolyme P1	Copolyme P2	Nhựa hữu cơ
Monome	% khối lượng P1	% khối lượng P2	% khối lượng (so với tổng khối lượng)

	(so với tổng khối lượng của các monome)	(so với tổng khối lượng của các monome)	của các monome)
Styren	30,0	7,0	37,0
Butyl acrylat	13,2	7,2	20,4
Metyl metacrylat	19,0	6,1	25,1
2-Dimethylaminoethyl metacrylat	10,0	0	10,0
Lauryl metacrylat	2,8	0,9	3,7
Axit acrylic	0	2,8	2,8
Metoxy-polyetylen glycol monometacrylat (SR550 từ Sartomer)	0	1	1,0

Ví dụ 3: Điều chế nhựa hữu cơ so sánh (không có 2-dimethylaminoethyl metacrylat) và hệ phân tán trong nước bao gồm nhựa nêu trên

Tổng hợp nhựa hữu cơ so sánh:

168 g 2-butoxyetanol và 72,8 g polypropylen glycol ($M_n = 1000$ g/mol) được đưa vào trong bình phản ứng thể tích 2 lít. Sau đó, bình phản ứng được gia tăng lên 150°C trong điều kiện xả khí nitơ. Đồng thời, 484,4 g styren, 304,6 g metyl metacrylat, 221,8 g butyl acrylat, và 39,2 g lauryl metacrylat được kết hợp để tạo ra copolyme P1 có $T_g = 41,2^\circ\text{C}$. Dung dịch chứa 31,5 g di-tert-butyl peroxit

(DTBP) và 15,8 g tert-butyl peroctoat (TBPO) trong 47,25 g 2-butoxyetanol cũng được điều chế.

Sau đó, hai hợp phần này được đưa đồng thời vào trong bình phản ứng, trong thời gian 3 giờ ở nhiệt độ 150°C.

Khi hoàn thành việc bổ sung này, môi trường được duy trì ở cùng nhiệt độ trong 30 phút, trước khi được làm nguội xuống 135°C.

Đồng thời, hỗn hợp của 95,8 g styren, 89,4 g metyl metacrylat, 98,98 g butyl acrylat, 12,6 g lauryl metacrylat, 39,2 g axit acrylic, và 14 g metoxy polyetylen glycol monometacrylat (để tạo ra copolyme P2 có $T_g = 23,8^\circ\text{C}$), và tương tự, dung dịch chứa 10,5 g DTBP và 5,25 g TBPO trong 15,75 g 2-butoxyetanol được điều chế.

Hai hợp phần của copolyme P1 và P2 được đưa vào trong bình phản ứng ở nhiệt độ 135°C trong thời gian 2 giờ. Sau đó, nhiệt độ được duy trì không đổi ở 135°C trong 1 giờ nữa.

Hàm lượng rắn của nhựa hữu cơ thu được là 85,8%, và trị số axit của nó là 24 mg KOH/g. Khối lượng phân tử trung bình số M_n của nhựa này, được đo bằng GPC, với THF làm dung môi và với việc hiệu chỉnh sử dụng các polystyren đơn phân tán, là 5400 g/mol.

Điều chế hệ phân tán trong nước bao gồm nhựa hữu cơ so sánh:

416 g nhựa hữu cơ điều chế theo cách như vậy được trung hòa một phần bằng cách bổ sung 81,63 mL dung dịch 10% thể tích chứa dimetyletanolamin trong nước trong thời gian 10 phút. Trong bước này, nhiệt độ giảm từ 90°C xuống 65°C, và tốc độ khuấy là 150 vòng/phút. Sau khi khuấy 15 phút ở nhiệt độ 65°C, 332,43 g nước được đưa vào trong 45 phút ở tốc độ khuấy 250 vòng/phút, với sự đảo pha trong quá trình bổ sung này. Hệ phân tán trong nước thu được sau đó được pha loãng bằng nước để thu được hàm lượng rắn là 45,7%, độ pH là 7,6, độ nhớt là 95 mPa.s, và cỡ hạt đo được là 195 nm với chỉ số đa phân tán là 0,014.

Hợp phần của nhựa hữu cơ trong ví dụ so sánh 2 được tóm tắt trong bảng 3 dưới đây (các lượng được biểu thị bằng % khối lượng):

[Bảng 3]

	Copolymer P1	Copolymer P2	Nhựa hữu cơ
Monome	% khối lượng P1 (so với tổng khối lượng của các monome)	% khối lượng P2 (so với tổng khối lượng của các monome)	% khối lượng (so với tổng khối lượng của các monome)
Styren	34,6	6,8	41,4
Butyl acrylat	15,8	7,1	22,9
Metyl metacrylat	21,8	6,4	28,2
2-Dimetylaminoethyl metacrylat	0	0	0
Lauryl metacrylat	2,8	0,9	3,7
Axit acrylic	0	2,8	2,8
Metoxypolyetylen glycol monometacrylat (SR550 từ Sartomer)	0	1,0	1,0

Ví dụ 4: Điều chế nhựa hữu cơ so sánh (không có 2-dimetylaminoethyl metacrylat trong copolymer P1) và hệ phân tán trong nước bao gồm nhựa nêu trên

Tổng hợp nhựa hữu cơ so sánh:

168 g 2-butoxyetanol và 72,8 g polypropylen glycol ($M_n = 1000$) được đưa vào trong bình phản ứng thể tích 2 lít. Sau đó, bình phản ứng được gia tăng lên 150°C trong điều kiện xả khí nitơ. Đồng thời, 462 g styren, 308 g metyl metacrylat, 240,8 g butyl acrylat, và 39,2 g lauryl metacrylat được kết hợp để tạo

ra copolyme P1 có $T_g = 41,2^\circ\text{C}$. Dung dịch chứa 31,5 g di-tert-butyl peroxit (DTBP) và 15,8 g tert-butyl peroctoat (TBPO) trong 47,25 g 2-butoxyetanol cũng được điều chế. Sau đó, hai hợp phần này được đưa đồng thời vào bình phản ứng, trong thời gian 3 giờ ở nhiệt độ 150°C .

Khi hoàn thành việc bổ sung này, môi trường được duy trì ở cùng nhiệt độ trong 30 phút, trước khi được làm nguội xuống 135°C .

Đồng thời, hỗn hợp của 56 g styren, 43,4 g metyl metacrylat, 44,8 g butyl acrylat, 12,6 g lauryl metacrylat, 39,2 g axit acrylic, 140 g 2-dimethylaminoethyl metacrylat và 14 g metoxy polyetylen glycol monometacrylat (để tạo ra copolyme P2 có $T_g = 23,8^\circ\text{C}$), và tương tự, dung dịch chứa 10,5 g DTBP và 5,25 g TBPO trong 15,75 g 2-butoxyetanol được điều chế.

Hai hợp phần của copolyme P1 và P2 được đưa vào trong bình phản ứng ở nhiệt độ 135°C trong thời gian 2 giờ. Sau đó, nhiệt độ được duy trì không đổi ở 135°C trong 1 giờ nữa.

Hàm lượng rắn của nhựa thu được là 85,3%, trị số axit của nó là 23,6 mg KOH/g, và trị số amin theo tính toán của nó là 35,7 mg KOH/g. Khối lượng phân tử trung bình số M_n của nhựa này, được đo bằng GPC, với THF làm dung môi và với việc hiệu chỉnh sử dụng các polystyren đơn phân tán, là 3300 g/mol.

Điều chế hệ phân tán trong nước bao gồm nhựa hữu cơ so sánh:

415,5 g nhựa hữu cơ điều chế theo cách như vậy được trung hòa một phần bằng cách bổ sung 79,09 mL dung dịch 10% thể tích chứa dimetyletanolamin trong nước trong thời gian 10 phút. Trong bước này, nhiệt độ giảm từ 90°C xuống 65°C , và tốc độ khuấy là 150 vòng/phút. Sau khi khuấy 15 phút ở nhiệt độ 65°C , 337,38 g nước được đưa vào trong 45 phút ở tốc độ khuấy 250 vòng/phút, với sự đảo pha trong quá trình bổ sung này. Hệ phân tán trong nước thu được sau đó được pha loãng bằng nước để thu được hàm lượng rắn là 45,4%, độ pH là 9, độ nhớt là 1650 mPa.s, và cỡ hạt đo được là 214 nm với chỉ số đa phân tán là 0,085.

Hợp phần của nhựa hữu cơ trong ví dụ so sánh 4 được tóm tắt trong bảng 4 dưới đây (các lượng được biểu thị bằng % khối lượng):

[Bảng 4]

	Copolymer P1	Copolymer P2	Nhựa hữu cơ
Monome	% khối lượng P1 (so với tổng khối lượng của các monome)	% khối lượng P2 (so với tổng khối lượng của các monome)	% khối lượng (so với tổng khối lượng của các monome)
Styren	33,0	4,0	37,0
Butyl acrylat	17,2	3,2	20,4
Metyl metacrylat	22,0	3,1	25,1
2-Dimethylaminoethyl metacrylat	0	10,0	10,0
Lauryl metacrylat	2,8	0,9	3,7
Axit acrylic	0	2,8	2,8
Metoxypolyetylen glycol monometacrylat (SR550 từ Sartomer)	0	1,0	1,0

Ví dụ 5: Thử nghiệm về độ ổn định của hệ phân tán trong nước được điều chế sau khi gia tăng sự già hóa trong lò sấy ở nhiệt độ 50°C:

Độ ổn định của hệ phân tán trong nước của các ví dụ 1, 2, 3 và 4 được đánh giá bằng cách rót các mẫu của mỗi một hệ phân tán vào trong các lọ thủy tinh thể tích 25 mL, sau đó để vào trong lò sấy trong 15 ngày ở nhiệt độ 50°C. Cỡ hạt của các hệ phân tán trong nước được đo sau 15 ngày, bằng nhiễu xạ ánh sáng theo tiêu chuẩn ISO 13321 được chỉ rõ ở trên.

Kết quả của thử nghiệm về độ ổn định được trình bày trong bảng 5 dưới đây:

[Bảng 5]

Hệ phân tán trong nước	Cỡ hạt ban đầu (nm)	Cỡ hạt sau khi làm già hóa (15 ngày/50°C)
Hệ phân tán trong nước của ví dụ 1	142	142
Hệ phân tán trong nước của ví dụ 2	184	199
Hệ phân tán trong nước của ví dụ 3	195	209
Hệ phân tán trong nước của ví dụ 4	214	257

Hệ phân tán trong nước của ví dụ 1 giữ nguyên ổn định trong một tháng ở nhiệt độ 50°C (không có sự thay đổi nào về cỡ hạt sau một tháng), trong khi hệ phân tán trong nước của các ví dụ 2 và 3 có cỡ hạt tăng lên sau khi gia tăng sự già hóa, trong khi vẫn duy trì chấp nhận được. Cỡ hạt của hệ phân tán trong nước của ví dụ 4 tăng lên đáng kể; do đó, hệ phân tán trong nước nêu sau ít ổn định hơn các hệ phân tán trong nước khác.

Ví dụ 6: Điều chế hợp phần nước của các lớp phủ có thể liên kết ngang hai thành phần (các hợp phần sơn từ 1 đến 4) bao gồm hệ phân tán trong nước của các ví dụ từ 1 đến 4:

Các hợp phần sơn có thể liên kết ngang hai thành phần được tóm tắt trong bảng 6 dưới đây (các lượng được biểu thị bằng % khối lượng):

[Bảng 6]

Nguyên liệu ban đầu	Các nhà cung cấp	Chức năng	Hợp phần 1 (khối lượng tính bằng g)	Hợp phần 2 (khối lượng tính bằng g)	Hợp phần 3 (khối lượng tính bằng g)	Hợp phần 4 (khối lượng tính bằng g)
Nước khử khoáng	-	Dung môi	10,05	12,64	12,96	12,58
DYSERBYK 190	BYK	Chất phân tán	2,38	2,37	2,39	2,39
BYK 024	BYK	Chất chống tạo bọt	0,10	0,10	0,10	0,10
TIONA 595	CRISTAL	Chất màu TiO_2	21,66	21,61	21,70	21,73
Hệ phân tán trong nước của ví dụ 1	-	-	59,01	-	-	-
Hệ phân tán trong nước của ví dụ 2	-	-	-	56,11	-	-
Hệ phân tán trong nước của ví dụ 3	-	-	-	-	56,09	-

Hệ phân tán trong nước của ví dụ 4	-	-	-	-	-	56,57
BYK 333	BYK	Chất hoạt động bề mặt	0,25	0,25	0,25	0,25
COAPUR XS 71	COATEX	Chất làm đặc polyuretan	2,20	2,20	2,21	2,21
DER 917	DOW	Nhựa epoxy	4,35	4,72	4,31	4,18
Tổng cộng			100	100	100	100

Quy trình điều chế các hợp phần sơn:

Chất nền nghiền:

Trước tiên, chất nền nghiền được điều chế trong bể có hai vỏ được cung cấp hệ thống làm lạnh nước chính, bằng cách bổ sung liên tục cùng với khuấy, và theo thứ tự sau: một phần nước khử khoáng (4,5 g), DYSPERBYK 190, và BYK 024. Sau đó, TIONA 595 được bổ sung dần dần, kết hợp khuấy mạnh với tốc độ 1000 vòng/phút, sau đó được phân tán trong 20 phút ở tốc độ 3000 vòng/phút. Chất nền nghiền sau đó được để yên trong 30 phút.

Phần A của hệ hai thành phần:

Hệ phân tán nhựa dạng nước điều chế ở trên được rót vào trong đồ chứa, ở nhiệt độ trong phòng (20°C), trong khi khuấy nhằm để thu được dòng xoáy, sau

đó được bổ sung theo thứ tự sau: BYK 033, chất nền nghiền điều chế ở trên, và COAPUR XS 71. Sau đó, hỗn hợp được để yên trong 24 giờ.

Phần B của hệ hai thành phần:

Để tạo ra hợp phần sơn cuối cùng, nhựa epoxy DER 917 được bổ sung từ từ vào phần A điều chế trước đó, kết hợp với khuấy vừa phải, sau đó được điều chỉnh bằng cách bổ sung lượng nước còn lại. Hỗn hợp được để khuấy trong 10 phút, tiếp theo là 30 phút để yên, trước khi phủ lên giá đỡ sử dụng thiết bị phủ tự động.

Kết quả về độ cứng Persoz:

Kết quả giám sát độ cứng của các lớp phủ sơn liên kết ngang được tóm tắt trong bảng 7 dưới đây:

[Bảng 7]

Các hợp phần sơn	Độ dày làm khô của màng (μm)	Độ cứng Persoz (s)			
		tại thời điểm 1 ngày	tại thời điểm 4 ngày	tại thời điểm 7 ngày	tại thời điểm 14 ngày
Hợp phần 1	78	39	82	101	111
Hợp phần 2	80	33	79	92	100
Hợp phần 3	81	29	51	65	73
Hợp phần 4	80	43	73	85	89

Các kết quả về độ bóng, độ bền làm khô và độ bền hóa học:

Các kết quả về độ bóng, độ bền làm khô và độ bền hóa học của các lớp phủ sơn liên kết ngang thu được từ các hợp phần từ 1 đến 4 được tóm tắt trong bảng 8 dưới đây:

[Bảng 8]

Các hợp phần sơn	Phủ lên tấm thép QD412			Phủ lên tấm thép S46	
	Độ bóng 20°/60°	Độ dày làm khô (μm)	Thời gian làm khô không bụi (phút)	Độ dày làm khô (μm)	Độ bền hóa học (tính bằng giây)
Hợp phần 1	85/93	80	35	74	100-120
Hợp phần 2	87/94	75	36	77	100-120
Hợp phần 3	91/97	80	48	75	5
Hợp phần 4	81/93	80	36	74	10

Các lớp phủ sơn liên kết ngang thu được từ các hợp phần 1 và 2 thể hiện diện mạo bên ngoài nhìn thích hợp với sự hình thành màng thích hợp và độ bóng thích hợp. Ngoài ra, đây là các lớp phủ thể hiện các đặc tính cơ học tốt nhất và độ bền hóa học tốt nhất.

Các màng này là đại diện theo sáng chế, tuy nhiên, không thể hiện bất kỳ lỗi ghim nào (độ xốp), sau khi đánh giá theo tiêu chuẩn ISO 4628-2.

Ví dụ 7: Điều chế nhựa so sánh bao gồm hỗn hợp vật lý của các copolyme P1 và P2 (không có copolyme hóa)

Mục đích của thử nghiệm này là để tổng hợp các copolyme P1 và P2 riêng biệt và sau đó, kết hợp chúng theo tỷ lệ được mô tả trong các ví dụ theo sáng chế: cụ thể là 75% theo khối lượng của P1 và 25% theo khối lượng của P2. Sau đó, sẽ là vấn đề kiểm tra xem polyme thu được sau khi kết hợp hai copolyme có thể được nhũ hóa trong nước hay không theo quy trình được mô tả trong sáng chế và xem liệu loại nói sau có khiến cho có thể thu được nhũ tương mà nhũ tương này ổn định theo thời gian.

Tổng hợp nhựa hữu cơ P1:

180 g 2-butoxyetanol và 78 g polypropylen glycol ($M_n = 1000$ g/mol) được đưa vào trong bình phản ứng thể tích 2 lít. Sau đó, bình phản ứng được gia tăng lên 150°C trong điều kiện xả khí nitơ. Đồng thời, 620,10 g styren, 390 g methyl metacrylat, 283,95 g butyl acrylat, 55,95 g lauryl metacrylat, và 150 g 2-dimethylaminoethyl metacrylat được kết hợp để tạo ra copolyme P1 có $T_g = 41,2^\circ\text{C}$. Dung dịch chứa 45 g di-tert-butyl peroxit (DTBP) và 22,5 g tert-butyl peroctoat (TBPO) trong 67,5 g 2-butoxyetanol cũng được điều chế. Sau đó, hai hợp phần này được đưa đồng thời vào trong bình phản ứng, trong thời gian 3 giờ ở nhiệt độ 150°C .

Khi hoàn thành việc bổ sung này, môi trường được duy trì ở cùng nhiệt độ trong 1 giờ, trước khi được làm mát.

Hàm lượng rắn của nhựa hữu cơ thu được là 83,4%.

Tổng hợp nhựa hữu cơ P2:

180 g 2-butoxyetanol và 78 g polypropylen glycol ($M_n = 1000$ g/mol) được đưa vào trong bình phản ứng thể tích 2 lít. Sau đó, bình phản ứng được gia tăng lên 135°C trong điều kiện xả khí nitơ. Đồng thời, 360 g styren, 336 g methyl metacrylat, 372 g butyl acrylat, 54 g lauryl metacrylat, 168 g axit acrylic, 150 g

2-dimethylaminoethyl metacrylat và 15 g metoxy polyetylen glycol monometacrylat được kết hợp (nhằm để tạo ra copolyme P2 có $T_g = 23,8^\circ\text{C}$).

Dung dịch chứa 45 g di-tert-butyl peroxit (DTBP) và 22,5 g tert-butyl peroctoat (TBPO) trong 67,5 g 2-butoxyetanol cũng được điều chế.

Sau đó, hai hợp phần này được đưa đồng thời vào trong bình phản ứng, trong thời gian 2 giờ ở nhiệt độ 135°C .

Tuy nhiên, việc tổng hợp copolyme này là không thể do sự hình thành chất rắn màu trắng trong môi trường phản ứng trong 15 phút đầu. Chất rắn màu trắng này là do quá trình homopolyme hóa của axit acrylic có mặt với lượng lớn trong hợp phần của P2.

	Copolyme P1	Copolyme P2	Nhựa hữu cơ
Monome	% khối lượng P1 (so với tổng khối lượng của các monome P1)	% khối lượng P2 (so với tổng khối lượng của các monome P2)	% khối lượng sau khi kết hợp P1/P2; 75/25 (so với tổng khối lượng của các monome)
Styren	41,34	24	37,0
Butyl acrylat	18,93	24,8	20,4
Metyl metacrylat	26	22,4	25,1
2-Dimethylaminoethyl metacrylat	10	10,0	10,0
Lauryl metacrylat	3,73	3,6	3,7

Axit acrylic	0	11,2	2,8
Metoxy polyetylen glycol monometacrylat (SR550 từ Sartomer)	0	4	1,0
Trị số axit (mg KOH/g)	0	87,2	21,8

Tỷ lệ % của axit acrylic trong copolyme P2 được xác định nhằm để thu được trị số axit toàn phần sau khi kết hợp 75% P1 và 25% P2 của 21,8 mg KOH/g, cần thiết để nhũ hóa polyme sau bước trung hòa và bước đảo pha.

Do đó, không thể tổng hợp P1 và P2 một cách riêng biệt để thu được, sau khi kết hợp vật lý đơn giản và không có quá trình copolyme hóa, polyme có cùng các đặc tính như các đặc tính được mô tả theo sáng chế. Điều này thể hiện lợi thế của quá trình copolyme hóa P1 và P2, lần lượt bước này sau bước kia trong cùng môi trường phản ứng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Nhựa hữu cơ bao gồm trong hợp phần của nó hai copolyme P1 và P2 theo tỷ lệ khối lượng của P1/P2 nằm trong khoảng từ 90/10 đến 60/40, và tốt hơn từ 80/20 đến 70/30, khác biệt ở chỗ, copolyme P1 và P2 này được copolyme hóa với nhau, copolyme P1 này chứa ít nhất một nhóm amin bậc ba và copolyme P2 này chứa ít nhất một nhóm axit carboxylic.
2. Nhựa theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, mỗi copolyme P1 và P2 này chứa ít nhất một nhóm amin bậc ba.
3. Nhựa theo điểm 1 hoặc điểm 2, khác biệt ở chỗ, ít nhất một nhóm amin bậc ba nêu trên được sinh ra bởi ít nhất một monome không no về mặt etylen a); tốt hơn là monome aminoalkyl (met)acrylat trong đó alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh nêu trên bao gồm từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon; monome a) này tốt hơn nữa được chọn từ 2-dimetylaminioetyl metacrylat (DMAEMA), 2-(dimetylaminio)etyl acrylat (DMAEA), 2-dietylaminioetyl metacrylat, 2-(dietylaminio)etyl acrylat, N-(3-(N,N-dimetylaminio)propyl)acrylamit, N-(3-(N,N-dimetylaminio)propyl)metacrylamit, 3-(dimetylaminio)propyl acrylat, 3-(dimetylaminio)propyl metacrylat, 3-(dietylaminio)propyl acrylat, 3-(dietylaminio)propyl metacrylat, 4-(N,N-dimetylaminio)styren, 4-(N,N-dietylaminio)styren, 4-vinylpyridin, 2-dimetylaminioetyl vinyl ete, 2-dietylaminioetyl vinyl ete, 3-dimetylaminopropyl vinyl ete, 3-dietylaminopropyl vinyl ete, 4-dimetylaminobutyl vinyl ete và 6-dimetylaminohexyl vinyl ete và hỗn hợp của chúng; tốt hơn nữa là 2-dimetylaminioetyl metacrylat (DMAEMA), 2-(dimetylaminio)etyl acrylat (DMAEA), 2-dietylaminioetyl metacrylat, và 2-(dietylaminio)etyl acrylat.
4. Nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, khác biệt ở chỗ, các copolyme P1 và/hoặc P2 này là các copolyme acrylic, vinyl và/hoặc vinyl-acrylic, bao gồm các copolyme styren-acrylic.

5. Nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, khác biệt ở chỗ, copolyme P2 này bao gồm ít nhất một nhóm được alkoxy hóa hoặc polyalkoxy hóa.
6. Nhựa theo điểm 5, khác biệt ở chỗ, copolyme P2 này bao gồm ít nhất một monome không no về mặt etylen chứa ít nhất một nhóm được alkoxy hóa hoặc polyalkoxy hóa d), và tốt hơn là mono(met)acrylat monome được alkoxy hóa hoặc mono(met)acrylat monome được polyalkoxy hóa được chọn từ etealkyl mono(met)acrylat trong đó alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh nêu trên tốt hơn bao gồm từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon, alkoxy-polyalkylen glycol mono(met)acrylat, và aryloxy-polyalkylen glycol mono(met)acrylat.
7. Hệ phân tán nhựa dạng nước, khác biệt ở chỗ, hệ này bao gồm ít nhất một nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 ở dạng phân tán trong nước, nhựa này được trung hòa một phần hoặc hoàn toàn bằng tác nhân trung hòa như amin hữu cơ, và tốt hơn là bằng amin bậc ba như dimethylaminoetanol (DMAE) hoặc trietanolamin (TEOH).
8. Quy trình điều chế hệ phân tán nhựa dạng nước theo điểm 7, khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm các bước sau:
- i- điều chế nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 trong dung dịch trong ít nhất một chất pha loãng hữu cơ, và tốt hơn là trong ít nhất một chất pha loãng hữu cơ phân cực,
 - ii- trung hòa một phần hoặc hoàn toàn các nhóm axit carboxylic của nhựa nêu trên, bằng cách bổ sung amin, và tốt hơn bằng cách bổ sung amin bậc ba, không ảnh hưởng đến các nhóm khác của nhựa này,
 - iii- điều chế hệ phân tán trong nước của nhựa này bằng cách bổ sung nước cho tới khi đảo pha, tốt hơn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 80°C.
9. Quy trình theo điểm 8, khác biệt ở chỗ, nhựa này là nhựa acrylic, vinyl hoặc vinyl-acrylic, bao gồm nhựa styren-acrylic, và trong đó, bước i- điều chế nhựa này được thực hiện bằng cách polyme hóa gốc.

10. Quy trình theo điểm 8 hoặc điểm 9, khác biệt ở chỗ, bước i- điều chế nhựa này bao gồm việc điều chế các copolyme P1 và P2 này trong hai bước liên tục i1- và i2- trong cùng thiết bị phản ứng:

i1- điều chế, trong dung dịch, copolyme thứ nhất P1 như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, và

i2- điều chế copolyme thứ hai P2 như được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong cùng thiết bị phản ứng đã chứa copolyme thứ nhất P1 này.

11. Hợp phần có thể liên kết ngang hai thành phần, khác biệt ở chỗ, hợp phần này bao gồm, trong môi trường dung môi hữu cơ hoặc trong môi trường nước, và tốt hơn là trong môi trường nước, ít nhất một nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, hoặc ít nhất một hệ phân tán trong nước theo điểm 7, và nhựa epoxy làm chất liên kết ngang.

12. Hợp phần có thể liên kết ngang theo điểm 11, khác biệt ở chỗ, hợp phần này là hợp phần phủ từ trong số sơn, vecni, mực, chất kết dính, keo, và tốt hơn là hợp phần phủ nước từ trong số các hợp phần sơn nước hoặc vecni.

13. Nền được phủ bằng hợp phần phủ có thể liên kết ngang theo điểm 11 hoặc 12, khác biệt ở chỗ, nền này được chọn từ các nền được làm từ kim loại, thủy tinh, gỗ, bao gồm giấy bìa và gỗ dán, chất dẻo, kim loại, bê tông, thạch cao, composit, vải dệt.

14. Sản phẩm liên kết ngang, khác biệt ở chỗ, sản phẩm này thu được từ việc sử dụng nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, hoặc hệ phân tán trong nước theo điểm 7, với nhựa epoxy làm chất liên kết ngang.