



(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

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

(11) 
1-0020632

(51)⁷ **C08G 59/50, C08L 63/00, C09D 5/34**

(13) **B**

-
- | | | | | | |
|------|--|------------|------------|---------------|------------|
| (21) | 1-2012-01390 | (22) | 25.11.2010 | | |
| (86) | PCT/MY2010/000291 | 25.11.2010 | (87) | WO2011/065813 | 03.06.2011 |
| (30) | PI20095026 | 25.11.2009 | MY | | |
| (45) | 25.03.2019 | 372 | (43) | 25.02.2013 | 299 |
| (73) | Petroliam Nasional Berhad (MY)
Tower 1, Petronas Twin Tower, Kuala Lumpur City Centre, 50088 Kuala Lumpur, Malaysia | | | | |
| (72) | LEONG, Kok, Hoong (MY), LEONG, Yin, Liong (MY), TIAN, Wendy, Wenjun (AU), HODGKIN, Jonathan, Howard (AU), GAO, Song (AU), KOZIELSKI, Karen, Anne (AU), WOOD, Colin, David (AU) | | | | |
| (74) | Công ty TNHH Tâm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.) | | | | |
-

(54) **CHẾ PHẨM NHỰA ĐÓNG RẮN ĐƯỢC TRONG NƯỚC**

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước bao gồm: (a) nhựa epoxy; (b) chất đóng rắn amin thơm, trong đó tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn với các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy nhỏ hơn hoặc bằng 2:1; và (c) chất kết hợp bao gồm nhóm siloxan được nối với nhóm epoxy có hoạt tính.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các chế phẩm nhựa. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến các chế phẩm nhựa epoxy để sử dụng trong việc sửa chữa và/hoặc bảo dưỡng các công trình dưới nước. Sáng chế còn đề cập phương pháp điều chế các chế phẩm nhựa epoxy này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các công trình dưới nước, như các đường ống dẫn dầu và khí, có thể bị xuống cấp theo thời gian hoặc bị hư hỏng. Nếu không được xử lý, việc xuống cấp và hư hỏng có thể dẫn đến gãy vỡ các đường ống, điều này có thể dẫn đến tổn thất đáng kể về kinh tế cũng như việc ô nhiễm môi trường biển do hàm lượng các chất độc hại có trong dầu và khí. Các phương pháp sửa chữa, phục hồi và bảo dưỡng thông thường các đường ống dưới nước này chủ yếu là phương pháp cơ học và cần phải hàn dưới nước, trong các môi trường dầu và khí, không chỉ tốn nhiều thời gian, nguy hiểm và bất tiện, mà còn yêu cầu các nhân công có tay nghề cao. Việc sửa chữa, phục hồi và bảo dưỡng này thường yêu cầu ngừng hoàn toàn hoạt động sản xuất các đường ống, điều này dẫn đến tổn thất lớn về kinh tế cho các nhà sản xuất dầu và khí.

Ngoài các phương pháp cơ học, các vật liệu polyme có thể đóng rắn, như các chất bám dính và composit gia cường sợi đã được sử dụng để sửa chữa các công trình dưới nước. Tuy nhiên, tất cả các vật liệu đã biết này đều yêu cầu nước phải được rút ra khỏi công trình dưới nước trước khi phủ các vật liệu lên công trình dưới nước để tiến hành sửa chữa. Yêu cầu này khó đạt được trong môi trường dưới nước. Một trong số các vật liệu đã biết này còn không có độ bền bám dính cần thiết cho các ứng dụng dưới nước, dẫn đến sự mất độ bám dính trong thời gian ngắn và có độ bền thấp.

Tốt hơn nữa, nếu có thể sửa chữa công trình dưới nước, như đường ống, với vật liệu polyme đóng rắn được vì công việc sửa chữa và bảo dưỡng được đơn giản hóa, giảm đáng kể thời gian và chi phí cho việc sửa chữa/phục hồi/bảo dưỡng. Vật liệu polyme có thể được phủ lên đường ống sao cho vật liệu polyme này phù hợp với bề mặt hình học phức tạp của kết cấu đường ống. Chất lượng và độ bền sửa chữa, phục hồi và bảo dưỡng khi sử dụng các vật liệu polyme đóng rắn được tùy thuộc vào chất

lượng của liên kết được tạo ra giữa vật liệu polyme và bề mặt mà nó được gắn vào. Tuy nhiên, không có vật liệu polyme đóng rắn được đã biết nào thích hợp để đóng rắn trong môi trường dưới nước.

Một loại vật liệu polyme được sử dụng để sửa chữa, phục hồi và bảo dưỡng các công trình dưới nước bằng kim loại là nhựa epoxy. Nhựa epoxy tạo thành liên kết phân cực chắc chắn với bề mặt của nền kim loại cũng như với sợi gia cường (như thủy tinh, Kevlar và cacbon). Nhóm epoxy cũng có thể được gắn vào nhiều loại cấu trúc phân tử khác nhau, cho phép thiết kế nhựa có các tính chất đặc trưng như tính ổn định nhiệt, tính chịu nước và độ dai.

Các chế phẩm nhựa epoxy bán trên thị trường thường bao gồm chất đóng rắn (hoặc chất làm đông cứng), chúng có thể được hoạt hóa bằng nhiệt hoặc hơi ẩm. Các chất đóng rắn amin béo được sử dụng do chúng chỉ cần thời gian đóng rắn ngắn ở nhiệt độ môi trường. Tuy nhiên, mặc dù các chất đóng rắn này có thể khả thi để sửa chữa các công trình dưới nước trong môi trường khô hoặc ướt, nhưng chúng không thích hợp để dùng trong môi trường dưới nước, mà tại đó vật liệu polyme đóng rắn được chìm trong nước vì các chất đóng rắn amin béo không có tính chịu nước. Ngoài ra, các công trình dưới nước, như đường ống dẫn dầu và khí, thường tiếp xúc với nhiệt độ cao (từ 35°C đến 110°C), mà có thể có hại cho vật liệu epoxy được đóng rắn bằng chất làm đông cứng amin béo. Thứ hai là, các hệ thống nhựa này không dính chặt vào bề mặt ướt và do đó không thích hợp cho các ứng dụng dưới nước. Thứ ba là, amin béo có thể phản ứng với phân tử nước nhanh hơn so với khi chúng phản ứng với nhựa epoxy, dẫn đến hiện tượng gọi là “làm mờ amin” mà để lại lớp sáp trên bề mặt của nhựa epoxy. “Làm mờ amin” gây trở ngại cho sự đóng rắn của nhựa epoxy, dẫn đến sự đóng rắn không hoàn toàn.

Amin vòng béo cũng được đề xuất làm chất đóng rắn vì chúng có thể phản ứng với nhựa epoxy ở nhiệt độ thấp, nhưng chúng có nhược điểm ở chỗ chúng có độ tính cao và cũng không có độ bền trong thời gian dài.

Các loại chất đóng rắn khác thường được sử dụng trong các chế phẩm nhựa epoxy đã được báo cáo là ít ổn định dưới nước, độ tính cao và/hoặc không có độ bền trong thời gian dài. Ví dụ, axit carboxylic và chất đóng rắn anhydrit, thường được sử

dụng để đóng rắn các nhựa epoxy ở nhiệt độ thấp, hòa tan nhiều trong nước và ít ổn định trong tất cả các điều kiện đóng rắn.

Một vấn đề khác liên quan đến việc ứng dụng các vật liệu polyme trong môi trường dưới nước là sự xâm nhập của nước, mà có thể làm giảm đáng kể liên kết giữa hai bề mặt giữa vật liệu polyme và nền của nó cũng như tính chất khối của nhựa. Trong khi đó vật liệu kỵ nước, như hợp chất gốc siloxan, có thể được bổ sung vào chế phẩm nhựa epoxy để làm giảm hoặc ngăn chặn sự xâm nhập của nước và do đó cải thiện tính không hút nước của chế phẩm, nhiệt độ chuyển pha thủy tinh trong mạng lưới cấu trúc trong nhựa epoxy có thể được làm giảm bằng cách thêm vật liệu kỵ nước này. Nhiệt độ chuyển pha thủy tinh là nhiệt độ, tại đó nhựa đã được đóng rắn bắt đầu thay đổi từ trạng thái tương đối rắn chắc, có độ cứng cao, rắn, dạng thủy tinh sang trạng thái có độ cứng thấp, mềm dẻo, đàn hồi. Do đó, nhiệt độ chuyển pha thủy tinh tương đối cao là cần thiết nếu mong muốn rằng nhựa đã được đóng rắn bền ở nhiệt độ tương đối cao, như khi chúng được sử dụng trong môi trường dưới nước.

Một vấn đề khác nữa liên quan đến việc ứng dụng các vật liệu polyme trong môi trường dưới nước là sự rửa trôi các vật liệu trung gian được phản ứng có thể hòa tan một phần trong nước nếu phản ứng đóng rắn không hoàn toàn. Ở nhiệt độ thấp hơn, sự đóng rắn hoàn toàn hầu như không bao giờ đạt được, ngay cả khi sử dụng chất đóng rắn amin có hoạt tính. Sở dĩ như vậy là do, độ nhớt của nhựa epoxy tăng lên trong phản ứng đóng rắn ngăn không cho phản ứng đóng rắn hoàn thành. Phản ứng đóng rắn không hoàn toàn sẽ thúc đẩy các phản ứng phân hủy polyme trong thời gian dài và làm mất độ bám dính.

Một số chế phẩm nhựa epoxy trên thị trường nhằm giải quyết các vấn đề nêu trên bằng cách trộn nhựa epoxy với vật liệu amin có hoạt tính để làm tăng khả năng phản ứng của nhựa epoxy. Tuy nhiên, điều này có thể làm tăng độ nhớt của chế phẩm nhựa epoxy trước khi sử dụng cho nền, làm giảm độ chảy của nhựa và giảm thời gian hoạt động.

Hầu hết các chế phẩm nhựa epoxy bán trên thị trường đều có chứa nhựa epoxy và các chất đóng rắn amin béo và đóng rắn ở nhiệt độ môi trường. Để cải thiện độ bền liên kết và theo đó cải thiện tuổi thọ, việc phủ dung dịch xử lý sơ bộ thường là cần thiết.

Cần phải tạo ra chế phẩm nhựa epoxy có các tính chất bám dính, thời gian bảo quản và độ bền được cải thiện và không độc hoặc có tính độc thấp và có thể được sử dụng ở nhiệt độ và áp suất cao, để sửa chữa, cải tạo và/hoặc bảo dưỡng các công trình dưới nước mà khắc phục hoặc ít nhất là cải thiện một hoặc nhiều nhược điểm mô tả ở trên.

Cần phải tạo ra composit gia cường sợi để sử dụng trong công đoạn sửa chữa, cải tạo và/hoặc bảo dưỡng các công trình dưới nước mà có khả năng được phủ với độ dày và sự định hướng đồng nhất trong môi trường dưới nước có tầm nhìn và ánh sáng yếu mà khắc phục hoặc ít nhất là cải thiện một hoặc nhiều nhược điểm được mô tả ở trên.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước bao gồm:

- (a) nhựa epoxy;
- (b) chất đóng rắn amin thơm, trong đó tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy là nhỏ hơn hoặc bằng 2:1; và
- (c) chất kết hợp bao gồm nhóm siloxan được nối với nhóm epoxy có hoạt tính.

Tốt hơn nữa, nhựa có thể được đóng rắn dưới nước để tạo thành cấu trúc polyme chắc chắn. Về nguyên tắc, khi chế phẩm nhựa, như chế phẩm chứa nhựa epoxy glycidyl diete của bisphenol A (DGEBA), được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C, nhiệt độ chuyển pha thủy tinh cũng được mong đợi là 80°C ± 20°C. Nhiệt độ chuyển pha thủy tinh liên quan đến mức độ đóng rắn và liên kết chéo trong mạng lưới cấu trúc của vật liệu polyme và do đó, phản ánh độ bền của vật liệu polyme. Nhiệt độ chuyển pha thủy tinh tương đối cao sẽ là cần thiết, nếu mong muốn nhựa được đóng rắn bền ở nhiệt độ tương đối cao, như nhiệt độ thường gặp trong môi trường dưới nước. Tốt hơn nữa, khi được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C, thì việc sử dụng chất đóng rắn amin thơm trong chế phẩm nhựa theo khía cạnh thứ nhất sẽ tạo ra chế phẩm nhựa có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh vượt quá 120°C. Độ bền polyme cao hơn không mong đợi là trái ngược với các chế phẩm nhựa sử dụng chất làm đông cứng amin béo mà, khi được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C, thì chỉ có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh bằng khoảng 80°C.

Tốt hơn nếu, việc sử dụng chất đóng rắn amin thơm trong chế phẩm nhựa theo khía cạnh thứ nhất cũng cải thiện thời gian bảo quản chế phẩm nhựa và tạo ra độ bền liên kết tốt hơn với chế phẩm nhựa.

Tốt hơn nếu, tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy nhỏ hơn hoặc bằng 2:1 để tránh sự rửa trôi chất đóng rắn. Khi tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy có mặt với lượng vượt quá tỷ lệ mol 2:1, ví dụ trong đó tỷ lệ mol vượt quá 2:1, thì chất đóng rắn chưa phản ứng hoặc phản ứng một phần có thể bị rửa trôi khỏi nhựa epoxy polyme, gây ra sự phân hủy polyme trong thời gian dài và làm mất độ bám dính với nền.

Tốt hơn nếu, tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy ít nhất là 1:2 để thực hiện đóng rắn chế phẩm nhựa.

Tốt hơn nếu, tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy nằm trong khoảng từ 7:10 đến 9:10 để làm cho chế phẩm nhựa đóng rắn được một cách hiệu quả trong nước mà không dẫn đến sự rửa trôi chất đóng rắn.

Tốt hơn nếu, chất đóng rắn có thể còn bao gồm amin vòng béo. Việc sử dụng chất đóng rắn amin vòng béo cùng với chất đóng rắn amin thơm làm cho chế phẩm nhựa có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh, thời gian bảo quản và độ bền liên kết được cải thiện.

Tốt hơn nếu, chất kết hợp phản ứng ở một đầu của phân tử với nhựa epoxy và ở đầu kia của phân tử với nền để tạo ra độ bám dính được tăng cường của chế phẩm nhựa với nền và độ bền dài hạn.

Tốt hơn nếu, nhóm siloxan của chất kết hợp là nhóm siloxan có thể thủy phân.

Tốt hơn nếu, lượng chất kết hợp so với chất đóng rắn và nhựa epoxy được lựa chọn để cho phép nhựa có thể đóng rắn được trong nước.

Chế phẩm nhựa có thể còn chứa chất kỵ nước có khả năng đẩy nước. Chất kỵ nước này có thể bao gồm nhóm polysiloxan mạch dài.

Nhựa epoxy có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 50% đến 90% trọng lượng của toàn bộ nhựa.

Chất đóng rắn amin vòng béo có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 25% trọng lượng của toàn bộ nhựa.

Chất đóng rắn amin thơm có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 40% trọng lượng của toàn bộ nhựa.

Tốt hơn nữa, chất đóng rắn có mặt với lượng cho phép nhựa epoxy đóng rắn với chất kết hợp với sự có mặt của nước.

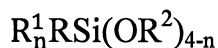
Chất kết hợp có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 30% trọng lượng của toàn bộ nhựa.

Epoxy có thể là thành phần chính của nhựa.

Chất đóng rắn amin vòng béo có thể bao gồm nhóm amin bậc một hoặc bậc hai. Chất đóng rắn amin vòng béo có thể bao gồm chất đóng rắn điamin. Chất đóng rắn điamin vòng béo có thể bao gồm các khung cacbon của các vòng có năm và sáu cạnh.

Chất đóng rắn amin thơm có thể bao gồm nhóm amin bậc một hoặc bậc hai. Tốt hơn nữa, chất đóng rắn amin thơm bao gồm chất đóng rắn amin đa chức. Tốt hơn nữa, chất đóng rắn amin đa chức bao gồm chất đóng rắn điamin. Chất đóng rắn điamin thơm có thể có năm và sáu nguyên tử cacbon trên vòng thơm.

Theo một phương án, chất kết hợp có công thức chung:



trong đó R^1 được chọn từ nhóm bao gồm nhóm hóa trị I được thế hoặc không được thế có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon; R^2 được chọn từ nhóm bao gồm hydro và nhóm hydrocacbon hóa trị I được thế hoặc không được thế có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon và n là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 3.

R^1 và R^2 có thể là nhóm hydrocacbon hóa trị I được thế hoặc không được thế có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon.

Chế phẩm nhựa có thể còn chứa chất loại bỏ hơi ẩm. Tốt hơn là chất loại bỏ hơi ẩm có mặt ở dạng các hạt cỡ micro hoặc cỡ nano. Chất loại bỏ hơi ẩm dạng hạt nano có thể bao gồm siloxan hữu cơ, tốt hơn là tetraalkylorthosilicat như tetramethylorthosilicat hoặc tetraethylorthosilicat. Tốt hơn nữa, chất loại bỏ hơi ẩm dạng

hạt nano hút hơi ẩm xung quanh chế phẩm nhựa khi chế phẩm nhựa này được dùng cho nền, do đó tạo thành lớp bảo vệ để tăng cường quy trình đóng rắn của nhựa epoxy.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất chế phẩm mastit bao gồm nhựa đóng rắn được theo khía cạnh thứ nhất và chất độn với lượng ít nhất là đủ để tạo ra độ sệt như bột nhão trong chế phẩm. Chất độn có thể bao gồm ít nhất một trong số chất độn khoáng, siloxan hữu cơ hoặc hỗn hợp của chúng. Theo một phương án, chất độn bao gồm các hạt cỡ nano.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất compozit gia cường sợi, bao gồm vật liệu dạng sợi được tẩm chế phẩm nhựa như nêu trong khía cạnh thứ nhất.

Compozit gia cường sợi có thể được chọn từ nhóm bao gồm thủy tinh, polyaramit, graphit, silic oxit, thạch anh, cacbon, gốm, Kevlar, bazan và polyetylen.

Theo khía cạnh thứ tư, sáng chế đề xuất phương pháp phủ lớp bảo vệ lên công trình dưới nước, bao gồm bước phủ trực tiếp công trình dưới nước bằng chế phẩm nhựa như nêu trong khía cạnh thứ nhất.

Theo khía cạnh thứ năm, sáng chế đề xuất phương pháp phủ lớp bảo vệ lên công trình dưới nước, bao gồm bước phủ compozit gia cường sợi như nêu trong khía cạnh thứ ba lên công trình dưới nước, như đường ống dưới nước.

Theo một phương án, công trình dưới nước thường kéo dài và compozit gia cường sợi được cuộn quanh bề mặt của công trình theo đường thường có dạng xoắn ốc theo trục dọc của công trình. Compozit gia cường sợi có thể được phủ dọc theo đường xoắn ốc với ít nhất 25% chồng lên bề ngang của compozit gia cường sợi.

Sợi có thể có dấu hiệu phân biệt để chỉ ra vị trí của sợi so với trục dọc.

Theo khía cạnh thứ sáu, sáng chế đề xuất sợi gấp lại được, bao gồm vật liệu dạng sợi kéo dài có dấu hiệu phân biệt trên đó để chỉ ra bằng mắt vị trí định hướng gấp lại khi nó được gấp lại trên công trình dưới nước. Dấu hiệu phân biệt có thể là huỳnh quang để nhìn trong môi trường có ánh sáng yếu, như ít nhất là 50m dưới nước hoặc có ánh sáng hạn chế (như dưới nền đèn khoan dầu). Theo một phương án, dấu hiệu phân biệt được bố trí song song với trục dọc của vật liệu dạng sợi kéo dài.

Tốt hơn nữa, dấu hiệu phân biệt được bố trí song song với trục dọc và/hoặc giữa các mép của vật liệu dạng sợi kéo dài tạo ra đường dẫn cho công nhân phủ khi gấp sợi

gấp lại được theo đường đỉnh ốc hoặc xoắn ốc dọc theo chiều dài của công trình dưới nước. Công nhân phủ sắp thẳng hàng dấu hiệu phân biệt được đặt ở mép của vật liệu dạng sợi kéo dài với dấu hiệu phân biệt được bố trí ở giữa bề ngang của vật liệu dạng sợi kéo dài khi sợi gấp lại được đang được gấp lại quanh công trình dưới nước, bằng cách đó tạo ra từ 0 đến 50% chồng lên bề ngang. Cách này tạo ra độ ổn định kích thước cho sợi gấp lại được do công nhân phủ tác động lực căng lên sợi gấp lại được trong khi gấp nó quanh công trình dưới nước và làm giảm thời gian phủ dẫn đến rút ngắn thời gian sửa chữa/bảo dưỡng, đảm bảo việc sửa chữa/bảo dưỡng chất lượng cao hơn dẫn đến lượng ít hơn của vật liệu được sử dụng và đảm bảo độ an toàn nghề nghiệp tốt hơn đối với những công nhân phủ do họ không phải tiếp xúc trực tiếp với nhựa epoxy.

Tốt hơn nếu, so với phương pháp cơ học thông thường, việc phủ chế phẩm nhựa như nêu trên hoặc compozit gia cường sợi như nêu trên làm giảm chi phí sửa chữa/bảo dưỡng ước tính là khoảng từ 50 đến 70%, cải thiện độ an toàn do không sử dụng ngọn lửa trần và không cần phải tháo đường ống cần sửa chữa/bảo dưỡng khỏi hệ thống đường ống dưới nước và do đó giảm thiểu hoặc loại bỏ thời gian chết từ vài tuần đến vài ngày.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các hình vẽ kèm theo minh họa phương án đã bộc lộ và nhằm giải thích các nguyên lý của phương án đã được mô tả này. Tuy nhiên, cần được hiểu rằng các hình vẽ này được thiết kế chỉ nhằm mục đích minh họa, và không nhằm mục đích giới hạn sáng chế.

Fig.1 là hình vẽ thể hiện compozit gia cường sợi hoặc sợi gấp lại được phủ lên công trình hình trụ theo đường đỉnh ốc hoặc xoắn ốc.

Fig.2 là hình vẽ dưới dạng sơ đồ thể hiện quy trình thiết lập thử nghiệm trượt tám nối đơn. Trên Fig.2(A), đường chấm chấm thể hiện khung giữ kim loại trước khi lắp ráp. Fig.2(B) thể hiện kích thước nền/nhựa (khung kim loại được loại bỏ để nhìn cho rõ). Fig.2(C) thể hiện nền và nhựa trong khung kim loại như được đóng rắn trong nước biển nhân tạo.

Fig.3 là hình vẽ thể hiện nhiệt độ chuyển pha thủy tinh trong khoảng thời gian 11 ngày đối với các mẫu thử nghiệm sgl-24C, sgl-32A, sgl-32B, sgl-59B và sgl-59C khi được đóng rắn ở nhiệt độ 60°C trong nước biển nhân tạo.

Fig.4 là hình vẽ thể hiện phổ DMTA đối với các mẫu thử nghiệm sgl-59B và sgl-32A khi được đóng rắn ở nhiệt độ 60°C trong nước biển nhân tạo trong thời gian 24 giờ. Đối với sgl-59B, hai giá trị Tg được ghi lại ở nhiệt độ 92,548°C và 114,22°C, trong khi đối với sgl-32A, một giá trị Tg được ghi lại ở nhiệt độ 101,52°C.

Fig.5 là hình vẽ thể hiện sự so sánh nhiệt độ chuyển pha thủy tinh của mẫu thử nghiệm sgl-60 được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C và mẫu thử nghiệm sgl-32A được đóng rắn ở nhiệt độ 60°C trong khoảng thời gian 11 ngày.

Fig.6 là hình vẽ thể hiện phổ DMTA của mẫu thử nghiệm sgl-63 khi được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C trong nước biển nhân tạo trong thời gian 24 giờ và ở nhiệt độ 175°C trong lò khô trong thời gian 2 giờ.

Fig.7 là hình vẽ thể hiện phổ ^{13}C NMR đối với ketimin được tổng hợp theo phương pháp được đưa ra trong phần (C) “vật liệu” dưới đây.

Fig.8 là hình vẽ thể hiện nhiệt độ chuyển pha thủy tinh của các mẫu thử nghiệm sgl-65A và sgl-65B khi được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C trong nước biển nhân tạo.

Fig.9 là hình vẽ thể hiện sự so sánh khả năng thấm ướt trên bề mặt được phủ chế phẩm sgl-65A có “IPN” (các giọt nhỏ bên tay phải) với khả năng thấm ướt trên bề mặt được phủ chế phẩm sgl-32A không chứa IPN (các giọt nhỏ bên tay trái).

Fig.10 là hình vẽ thể hiện sự so sánh các giá trị Tg ở các nhiệt độ đóng rắn khác nhau (nhiệt độ môi trường, 60°C, 80°C, 90°C hoặc 175°C) đối với các mẫu thử nghiệm chứa chất đóng rắn amin thơm (các mẫu sgl-32A, sgl-60, sgl-64A) với các mẫu thử nghiệm chứa ketimin (các mẫu sgl-54A, sgl-64B và sgl-66).

Fig.11 là hình vẽ thể hiện ứng suất trượt (MPa) và độ giãn ở tải trọng tối đa (mm) trong các thử nghiệm trượt tấm nối đơn của các mẫu thử nghiệm sgl-64A (DDGE), sgl-66 (TGK) và sgl-67B (IPN) và chế phẩm thương mại.

Fig.12 là hình vẽ thể hiện các mẫu thử nghiệm trượt tấm nối đơn sau các thử nghiệm cơ học (thử nghiệm dính kết và bám dính).

Fig.13 là hình vẽ thể hiện độ nhớt của mẫu thử nghiệm chứa chất đóng rắn amin thơm (DDGE) so với mẫu đối chứng chứa amin xycloaliphatic (CHBMA) và mẫu đối chứng chứa amin béo (PPGBAPE).

Mô tả chi tiết sáng chế

Định nghĩa

Các từ và thuật ngữ sau đây được sử dụng trong bản mô tả này có nghĩa như sau:

Thuật ngữ “đóng rắn được trong nước” như được sử dụng ở đây, dùng để chỉ vật liệu bất kỳ có khả năng được liên kết chéo hoặc polyme hóa mặc dù đang bị nhấn chìm và tiếp xúc với nước.

Thuật ngữ “nhựa epoxy” được hiểu là hợp chất hữu cơ bất kỳ có ít nhất hai chức có dạng oxiran mà có thể được polyme hóa bằng cách mở vòng. Thuật ngữ “nhựa epoxy” dùng để chỉ nhựa epoxy thông thường bất kỳ thường ở dạng lỏng ở nhiệt độ trong phòng (23°C) hoặc ở nhiệt độ cao hơn. Các nhựa epoxy này một mặt có thể là monome hoặc polyme, mặt khác có thể là béo, vòng béo, dị vòng hoặc thơm. Các nhựa epoxy được nêu làm ví dụ là resocxinol diglycidyl ete, bisphenol A diglycidyl ete, triglycidyl-p-amino-phenol, brombisphenol F diglycidyl ete, triglycidyl ete của m-amino-phenol, tetraglycidylmetylendianilin, triglycidyl ete của (trihydroxy-phenyl)metan, polyglycidyl ete của phenol-formaldehyt novolak, các polyglycidyl ete của ortho-cresol novolak và tetraglycidyl ete của tetraphenyl-etan. Các hỗn hợp của ít nhất hai trong các nhựa này cũng có thể được sử dụng.

Thuật ngữ “siloxan” đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và được sử dụng ở đây có nghĩa là polyme mạch thẳng hoặc mạch nhánh chứa các đơn vị lặp lại -Si-O- trong khung của nó. Các đơn vị -Si-O- này có thể có hoặc không thể có các cấu trúc khung gián đoạn khác.

Thuật ngữ “siloxan” khi được sử dụng liên quan đến chất kết hợp dùng để chỉ siloxan bất kỳ có từ 1 đến 50 đơn vị lặp lại -Si-O-.

Thuật ngữ “polysiloxan mạch dài” trong ngữ cảnh của bản mô tả này dùng để chỉ polysiloxan bất kỳ có nhiều hơn 50 đơn vị lặp lại -Si-O-, thường có tới 1000 đơn vị lặp lại -Si-O-.

Thuật ngữ “vòng béo” dùng để chỉ cấu trúc vòng bất kỳ có nhóm béo liền kề. Nó bao gồm hợp chất béo một vòng và hợp chất béo đa vòng, cũng như là dạng đồng phân cis và trans của các hợp chất này. Các hợp chất vòng béo được nêu làm ví dụ bao gồm các hợp chất xyclopentyl, metylxyclopentyl, đimetylxyclopentyl, etenylmetyl-xyclopentyl, trimetyl-xyclopentenyl, xyclopentenyl, metylxyclopentenyl, xyclohexyl, metylxyclohexyl, đimetylxyclohexyl, trimetylxyclohexyl, etylxyclohexyl, etenylxyclohexyl, di-metyl-xyclohexenyl và tri-metyl-xyclohexenyl.

Thuật ngữ “thơm” dùng để chỉ nhóm thơm hydrocacbon và/hoặc nhóm dị vòng thơm. Nhóm dị vòng thơm bao gồm các nhóm chứa oxy, nitơ hoặc lưu huỳnh (ví dụ, nhóm có nguồn gốc từ furan, pyrazol hoặc thiazol). Các nhóm thơm có thể là một vòng (ví dụ, benzen), hai vòng (ví dụ, naphtalen) hoặc đa vòng (ví dụ, antraxen). Nhóm một vòng thơm bao gồm vòng có năm cạnh (như nhóm có nguồn gốc từ pyrol) hoặc vòng có sáu cạnh (như nhóm có nguồn gốc từ pyridin). Các nhóm thơm có thể bao gồm nhóm thơm ngưng tụ bao gồm các vòng có chung các liên kết nối.

Trong đó thuật ngữ “thơm” được sử dụng liên quan đến amin, thuật ngữ này bao gồm các amin thơm không được thế hoặc được thế trên nhân thơm. Các amin có thể là các amin bậc một hoặc bậc hai. Khi amin thơm có các phần tử thế trên nhân thơm, thì các phần tử thế có thể là alkyl thấp, alkoxy thấp, hydroxy, halogen, alkylthio, mecapto, amino, mono (alkyl thấp) amino và di (alkyl thấp) amino.

Thuật ngữ “đa chức” trong ngữ cảnh của bản mô tả này nghĩa là có hai nhóm chức hoặc nhiều hơn. Ví dụ, khi được sử dụng cùng với amin, “đa chức” dùng để chỉ hợp chất bao gồm hai nhóm chức amin hoặc nhiều hơn. Ví dụ, amin đa chức có thể là diamin (bao gồm hai nhóm amin), triamin (bao gồm ba nhóm amin), tetraamin (bao gồm bốn nhóm amin) hoặc pentaamin (bao gồm năm nhóm amin).

Thuật ngữ “alkyl” bao gồm các nhóm béo no mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, ví dụ, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 hoặc 10 nguyên tử cacbon. Ví dụ, thuật ngữ alkyl gồm, nhưng không giới hạn ở metyl, etyl, 1-propyl, isopropyl, 1-butyl, 2-butyl, isobutyl, tert-butyl, amyl, 1,2-đimetylpropyl, 1,1-đimetylpropyl, pentyl, isopentyl, hexyl, 4-metylpentyl, 1-metylpentyl, 2-metylpentyl, 3-metylpentyl, 2,2-đimetylbutyl, 3,3-đimetylbutyl, 1,2-đimetylbutyl, 1,3-đimetylbutyl, 1,2,2-trimetylpropyl, 1,1,2-trimetyl-propyl, 2-etylpentyl, 3-etylpentyl, heptyl, 1-metylhexyl,

2,2-đimethylpentyl, 3,3-đimethyl-pentyl, 4,4-đimethylpentyl, 1,2-đimethylpentyl, 1,3-đimethylpentyl, 1,4-đimethylpentyl, 1,2,3-trimethylbutyl, 1,1,2-trimethylbutyl, 1,1,3-trimethylbutyl, 5-methylheptyl, 1-methylheptyl, octyl, nonyl, dexyl và chất tương tự.

Thuật ngữ “alkyl thấp” dùng để chỉ mạch hydrocacbon no mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 1, 2, 3, 4, 5 hoặc 6 nguyên tử cacbon. Thuật ngữ này được nêu làm ví dụ là các nhóm như metyl, etyl, n-propyl, iso-propyl, n-butyl, iso-butyl, t-butyl, n-pentyl, n-hexyl và các nhóm tương tự.

Thuật ngữ “alkenyl” bao gồm các nhóm hydrocacbon béo không no mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon, ví dụ, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 hoặc 10 nguyên tử cacbon và có ít nhất một liên kết đôi, có hóa học lập thể cis hoặc trans E, Z, khi thích hợp, ở vị trí bất kỳ trong mạch alkyl. Ví dụ về nhóm alkenyl gồm, nhưng không giới hạn ở etenyl, vinyl, alyl, 1-methylvinyl, 1-propenyl, 2-propenyl, 2-methyl-1-propenyl, 2-methyl-1-propenyl, 1-butenyl, 2-butenyl, 3-butenyl, 1,3-butadienyl, 1-pentenyl, 2-pentenyl, 3-pentenyl, 4-pentenyl, 1,3-pentadienyl, 2,4-pentadienyl, 1,4-pentadienyl, 3-methyl-2-butenyl, 1-hexenyl, 2-hexenyl, 3-hexenyl, 1,3-hexadienyl, 1,4-hexadienyl, 2-methyl-pentenyl, 1-heptenyl, 2-heptenyl, 3-heptenyl, 1-octenyl, 1-nonenyl, 1-dexenyl và các nhóm tương tự.

Thuật ngữ “alkenyl thấp” dùng để chỉ mạch hydrocacbon no mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 2, 3, 4, 5 hoặc 6 nguyên tử cacbon.

Thuật ngữ “alkynyl” như được sử dụng ở đây bao gồm nhóm hydrocacbon béo không no mạch thẳng hoặc mạch nhánh có từ 2 đến 10 nguyên tử cacbon và có ít nhất một liên kết ba ở vị trí bất kỳ trong mạch cacbon. Các ví dụ về nhóm alkynyl gồm, nhưng không giới hạn ở etynyl, 1-propynyl, 1-butynyl, 2-butynyl, 1-methyl-2-butynyl, 3-methyl-1-butynyl, 1-pentynyl, 1-hexynyl, 1-methylpentynyl, 1-heptynyl, 2-heptynyl, 1-octynyl, 2-octynyl, 1-nonyl, 1-dexynyl và các nhóm tương tự.

Thuật ngữ “alkynyl thấp” dùng để chỉ mạch hydrocacbon no mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 2, 3, 4, 5 hoặc 6 nguyên tử cacbon.

Thuật ngữ “alkoxy” như được sử dụng ở đây, dùng để chỉ nhóm alkyl, như được nêu ở đây, được gắn vào gốc phân tử mẹ thông qua nguyên tử oxy. Các ví dụ đại diện về alkoxy gồm, nhưng không giới hạn ở metoxy, etoxy, propoxy, 2-propoxy, butoxy, tert-butoxy, pentyloxy và hexyloxy.

Thuật ngữ “được thế” dùng để chỉ một hoặc nhiều (ví dụ, 1, 2, 3, 4 hoặc 5; theo các phương án 1, 2 hoặc 3; và theo các phương án 1 hoặc 2 khác) nguyên tử hydro trên nhóm này được thế hiện trong hợp chất bằng cách sử dụng “được thế” được thay thế bằng việc lựa chọn từ (các) nhóm hữu cơ hoặc vô cơ được chỉ định hoặc với nhóm hữu cơ hoặc vô cơ thích hợp đã được biết bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực liên quan, với điều kiện là hóa trị thông thường của nguyên tử được chỉ định không bị vượt quá và việc thay thế tạo ra hợp chất ổn định. Nhóm hữu cơ hoặc vô cơ được chỉ định thích hợp bao gồm, ví dụ, alkyl, alkenyl, alkynyl, alkoxy, halo, haloalkyl, hydroxy, hydroxyalkyl, aryl, heteroaryl, dị vòng, xycloalkyl, alkanoyl, alkoxycarbonyl, amino, alkylamino, dialkylamino, triflometylthio, diflometyl, axylamino, nitro, triflometyl, triflometoxy, carboxy, carboxyalkyl, keto, thioxo, alkylthio, alkylsulfinyl, alkylsulfonyl, alkylsilyl và xyano. Ngoài ra, nhóm được chỉ định thích hợp có thể bao gồm, ví dụ, -X, -R, -O-, -OR, -SR, -S-, -NR², -NR³, =NR, -CX₃, -CN, -OCN, -SCN, -N=C=O, -NCS, NO, -NO₂, =N₂, -N₃, NC(=O)R, -C(=O)R, -C(=O)NRR-S(=O)₂O-, -S(=O)₂OH, -S(=O)₂R, -OS(=O)₂OR, -S(=O)₂NR, -S(=O)R, -OP(=O)O₂RR, -P(=O)O₂RR-P(=O)(O-)₂, -P(=O)(OH)₂, -C(=O)R, -C(=O)X, -C(S)R, -C(O)OR, -C(O)O-, -C(S)OR, -C(O)SR, -C(S)SR, -C(O)NRR, -C(S)NRR, -C(NR)NRR, trong đó mỗi X độc lập là halogen (hoặc nhóm “halo”): F, Cl, Br hoặc I; và mỗi R độc lập là H, alkyl, aryl, heteroxyclyl. Người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực liên quan sẽ dễ dàng hiểu rằng, khi phần tử thế là keto (ví dụ =O) hoặc thioxo (ví dụ =S) hoặc tương tự, thì hai nguyên tử hydro trên nguyên tử thế sẽ được thay thế.

Thuật ngữ “không được thế” dùng để chỉ nhóm được chỉ định không mang các phần tử thế.

Thuật ngữ “được thế tùy ý” dùng để chỉ nhóm được chỉ định không được thế hoặc được thế bằng một hoặc nhiều phần tử thế.

Thuật ngữ “nền” dùng để chỉ vật liệu mà compozit gia cường sợi hoặc chế phẩm matit được phủ lên chế phẩm nhựa. Thuật ngữ này bao gồm dạng bất kỳ của vật liệu rắn có trong tự nhiên và tổng hợp, ví dụ chất dẻo, bia cứng, gỗ, thủy tinh, gốm, kim loại, lá kim loại, màng dẻo bọc kim loại và tương tự.

Thuật ngữ “compozit” dùng để chỉ các thành phần được tạo ra bằng cách thấm vật liệu dạng sợi bằng nhựa dẻo nhiệt hoặc rắn nhiệt để tạo ra các lớp mỏng hoặc lớp.

Thuật ngữ “về cơ bản” không loại trừ nghĩa “hoàn toàn”, ví dụ, chế phẩm “về cơ bản không chứa” Y có thể hoàn toàn không chứa Y. Khi cần, thuật ngữ “về cơ bản” này có thể được bỏ qua trong phần định nghĩa của sáng chế.

Trừ khi có quy định khác, các thuật ngữ “bao gồm” và “chứa” và dạng ngữ pháp của chúng, được dùng để chỉ ngôn ngữ “mở” hoặc “gồm cả” sao cho chúng bao gồm các dấu hiệu được nêu nhưng cũng cho phép bao gồm cả các dấu hiệu bổ sung, không được nêu.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “khoảng”, trong ngữ cảnh nồng độ của các thành phần của chế phẩm, thường có nghĩa là $\pm 5\%$ giá trị đã nêu, tốt hơn là $\pm 4\%$ giá trị đã nêu, tốt hơn là $\pm 3\%$ giá trị đã nêu, tốt hơn là, $\pm 2\%$ giá trị đã nêu, thậm chí tốt hơn nữa là $\pm 1\%$ giá trị đã nêu và thậm chí tốt hơn nữa là $\pm 0,5\%$ giá trị đã nêu.

Trong toàn bộ phần mô tả này, các phương án nhất định có thể được bộc lộ theo định dạng khoảng giá trị. Nên được hiểu là phần mô tả theo định dạng khoảng giá trị chỉ nhằm mục đích thuận tiện và ngắn gọn và không được hiểu là giới hạn cố định về khoảng giá trị bộc lộ của sáng chế. Do đó, phần mô tả về khoảng giá trị cần được xem là đã bộc lộ một cách cụ thể tất cả các khoảng phụ có thể cũng như các giá trị bằng số riêng rẽ nằm trong khoảng đó. Ví dụ, phần mô tả về khoảng như từ 1 đến 6 cần được xem là đã bộc lộ một cách cụ thể các khoảng phụ như từ 1 đến 3, từ 1 đến 4, từ 1 đến 5, từ 2 đến 4, từ 2 đến 6, từ 3 đến 6, v.v., cũng như các số riêng rẽ nằm trong khoảng đó, ví dụ, 1, 2, 3, 4, 5 và 6. Điều này được áp dụng không cần tính đến độ rộng của khoảng này.

Các phương án được nêu làm ví dụ, không giới hạn về chế phẩm nhựa, composit gia cường sợi, chế phẩm mastit, phương pháp phủ và điều chế chúng và sợi gấp lại được sẽ được bộc lộ sau đây.

Chế phẩm nhựa được mô tả bao gồm:

- (a) nhựa epoxy;
- (b) chất đóng rắn amin thơm, trong đó tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy bằng 2:1 hoặc nhỏ hơn; và
- (c) chất kết hợp bao gồm nhóm siloxan được nối với nhóm epoxy có hoạt tính.

Nhựa epoxy có thể là nhựa epoxy thơm, nhựa epoxy béo, nhựa epoxy đa chức thơm, nhựa epoxy loại glyxiđyl ete, nhựa epoxy loại glyxiđyl este, nhựa epoxy loại glyxiđyl amin, nhựa epoxy được cải biến uretan, nhựa epoxy được cải biến cao su, nhựa epoxy được cải biến alkyd và hỗn hợp của các nhựa này.

Theo một phương án, epoxy bao gồm các gốc glyxiđyl ete.

Nhựa epoxy loại glyxiđyl ete được nêu làm ví dụ gồm, nhưng không giới hạn ở nhựa epoxy loại A bisphenol, nhựa epoxy loại bisphenol F, nhựa epoxy loại bisphenol S, nhựa epoxy loại novolac phenol, nhựa epoxy loại triphenol alkan, nhựa epoxy loại cresol novolac, nhựa epoxy loại phenol được cải biến đixyclopentadien, nhựa epoxy loại phenol aralkyl và nhựa epoxy kiểu resorxinol.

Nhựa epoxy loại glyxiđyl este được nêu làm ví dụ gồm, nhưng không giới hạn ở nhựa epoxy loại hexahydrophthalat và loại phthalat.

Nhựa epoxy ví dụ loại glyxiđyl amin gồm, nhưng không giới hạn ở tetraglyxiđyl diaminodiphenylmetan (TGDDM, như MY-720), triglyxiđyl-p-aminophenol, tri-glyxiđyl aminocresol, nhựa tetraglyxiđyl diaminodiphenylmetan, nhựa tetraglyxiđyl m-xylylen amin và nhựa N,N-điaminocresol.

Theo một phương án được ưu tiên, nhựa epoxy là nhựa epoxy loại glyxiđyl ete. Theo một phương án được ưu tiên hơn, nhựa epoxy là nhựa epoxy loại bisphenol A. Theo một phương án được ưu tiên nhất, nhựa epoxy là diglyxiđyl ete của bisphenol A (DGEBA, như DER 331). Các tính chất của nhựa DGEBA phụ thuộc vào giá trị của n, là số lượng đơn vị lặp lại đã biết như mức độ polyme hóa. Thông thường, n nằm trong khoảng từ 0 đến 25.

Theo một phương án được ưu tiên khác, nhựa epoxy là poly(bisphenol A-co-epiclohydrin) glyxiđyl cuối mạch (như DER 662).

Chế phẩm nhựa có thể chứa một loại nhựa epoxy hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại nhựa epoxy. Ví dụ, chế phẩm nhựa có thể bao gồm hỗn hợp của DGEBA (như DER 331) và DER 662.

Thông thường, nhựa epoxy có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ 50% đến 90% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Nhựa epoxy có thể có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ 50% đến 90%, từ 60% đến 90%, từ 70% đến 90%, từ 80% đến 90%,

từ 50% đến 80%, từ 50% đến 70% hoặc từ 50% đến 60% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Tốt hơn nếu, nhựa epoxy có mặt ở nồng độ từ 70% đến 85% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Ví dụ, nhựa epoxy tốt hơn có thể có mặt ở nồng độ từ 70% đến 85%, từ 70% đến 80%, từ 70% đến 75%, từ 75% đến 85% hoặc từ 80% đến 85% trọng lượng trong chế phẩm nhựa.

Một hoặc nhiều chất đóng rắn amin thơm (hoặc các chất làm đông cứng) có thể được bổ sung vào để tăng tốc và/hoặc hỗ trợ cho việc đóng rắn nhựa epoxy.

Theo một phương án được ưu tiên, chất làm đông cứng amin thơm là amin thơm một vòng.

Theo một phương án được ưu tiên khác, chất làm đông cứng amin thơm là chất làm đông cứng amin đa chức. Ví dụ, chất làm đông cứng amin đa chức có thể là chất làm đông cứng diamin, chất làm đông cứng triamin, chất làm đông cứng tetraamin hoặc chất làm đông cứng pentaamin.

Theo một phương án được ưu tiên, chất làm đông cứng amin thơm là chất làm đông cứng diamin thơm. Chất làm đông cứng diamin có thể có năm và sáu nguyên tử cacbon trên vòng thơm.

Theo một phương án, amin thơm không phải là monoamin.

Chất đóng rắn amin thơm có thể bao gồm nhóm amin bậc một hoặc bậc hai.

Chất làm đông cứng thơm được nêu làm ví dụ bao gồm 3,3'-điaminodiphenyl sulfon (DDS), 4,4'-điaminodiphenyl ete, 4,4'-điaminodiphenyl metan, 3,3'-điaminodiphenyl metan, 4,4'-điaminodiphenyl sulfon, m-phenylendiamin, p-phenylendiamin, 4,4'-điaminodiphenyl-propan, 4,4'-điaminodiphenyl sulfit, 1,4-bis (p-aminophenoxy)benzen, 1,3-bis-(m-aminophenoxy)benzen, diethyltoluendiamin như 3,5-diethyltoluen-2,4-diamin và 3,5-diethyltoluen-2,6-diamin, 1,3-bis(p-aminophenoxy)benzen, 4,4'-bis (3-aminophenoxy)-điphenyl sulfon, 2,2-bis(4-aminophenoxyphenyl)propan, trimetylen glycol đi-para-aminobenzoat và hỗn hợp của chúng. Theo một phương án, chất làm đông cứng amin thơm là 3,3'-điaminodiphenyl sulfon (DDS). Theo một phương án được ưu tiên, chất làm đông cứng amin thơm là 3,5-diethyltoluen-2,4-diamin. Theo một phương án được ưu tiên khác, chất làm đông cứng amin thơm là 3,5-diethyltoluen-2,6-diamin.

Thông thường, chất đóng rắn amin thơm có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ 5% đến 40% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Chất làm đông cứng amin thơm có thể có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 5% đến khoảng 40%, từ khoảng 5% đến khoảng 35%, từ khoảng 5% đến khoảng 30%, từ khoảng 5% đến khoảng 25%, từ khoảng 5% đến khoảng 20%, từ khoảng 5% đến khoảng 15%, từ khoảng 5% đến khoảng 10%, từ khoảng 10% đến khoảng 40%, từ khoảng 15% đến khoảng 40%, từ khoảng 20% đến khoảng 40%, từ khoảng 25% đến khoảng 40%, từ khoảng 30% đến khoảng 40% hoặc từ khoảng 35% đến khoảng 40% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Tốt hơn là, chất làm đông cứng amin thơm có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 5% đến khoảng 25% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Ví dụ, chất làm đông cứng amin thơm có thể có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 5% đến khoảng 25%, từ khoảng 5% đến khoảng 20%, từ khoảng 5% đến khoảng 15%, từ khoảng 5% đến khoảng 10%, từ khoảng 10% đến khoảng 25%, từ khoảng 15% đến khoảng 25% hoặc từ khoảng 20% đến khoảng 25% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Tốt hơn nữa là, chất làm đông cứng amin thơm có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 10% đến khoảng 15% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Ví dụ, chất làm đông cứng amin thơm tốt hơn có thể có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 10% đến khoảng 15%, từ khoảng 11% đến khoảng 15%, từ khoảng 12% đến khoảng 15%, từ khoảng 13% đến khoảng 15%, từ khoảng 14% đến khoảng 15%, từ khoảng 10% đến khoảng 14%, từ khoảng 10% đến khoảng 13%, từ khoảng 10% đến khoảng 12% hoặc từ khoảng 10% đến khoảng 11% trọng lượng trong chế phẩm nhựa.

Theo một phương án, chế phẩm nhựa còn bao gồm chất làm đông cứng amin vòng béo. Các chất làm đông cứng vòng béo được nêu làm ví dụ bao gồm 1,3-xyclohexanbis(metylamin) (1,3-CHBMA), 1,2-điamino-xyclohexan, 1,3-điaminoxyclohexan, 1,4-điamino-xyclohexan, mentan điamin, isophorondiamin, 1,3-đi(aminometyl)xyclo-hexan, 4,4'-metylendixyclo-hexyl-amin, 3,3'-đimetyl-4,4'-điaminodixyclohexylmetan và hỗn hợp của chúng.

Tốt hơn nếu, chất làm đông cứng amin vòng béo là 1,3-xyclohexanbis(metylamin) (1,3-CHBMA). Thông thường, chất làm đông cứng amin vòng béo có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ 5% đến 25% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Chất làm đông cứng amin vòng béo có thể có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 5% đến khoảng 25%, từ khoảng 5% đến khoảng 20%, từ khoảng

5% đến khoảng 15%, từ khoảng 5% đến khoảng 10%, từ khoảng 10% đến khoảng 25%, từ khoảng 15% đến khoảng 25% hoặc từ khoảng 20% đến khoảng 25% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Tốt hơn nếu, chất làm đông cứng amin vòng béo có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 10% đến khoảng 15% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Ví dụ, chất làm đông cứng amin vòng béo tốt hơn là có thể có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 10% đến khoảng 15%, từ khoảng 11% đến khoảng 15%, từ khoảng 12% đến khoảng 15%, từ khoảng 13% đến khoảng 15%, từ khoảng 14% đến khoảng 15%, từ khoảng 10% đến khoảng 14%, từ khoảng 10% đến khoảng 13%, từ khoảng 10% đến khoảng 12% hoặc từ khoảng 10% đến khoảng 11% trọng lượng trong chế phẩm nhựa.

Chế phẩm nhựa có thể chứa một loại chất đóng rắn hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại chất đóng rắn. Ví dụ, chế phẩm nhựa có thể chứa hai hoặc nhiều loại chất đóng rắn amin thơm hoặc nhiều hơn hoặc hỗn hợp của các chất đóng rắn amin vòng béo và các chất đóng rắn amin thơm.

Theo một phương án được ưu tiên, chất đóng rắn được sử dụng trong chế phẩm nhựa chỉ bao gồm các chất làm đông cứng amin thơm.

Theo một phương án được ưu tiên khác, chất đóng rắn được sử dụng trong chế phẩm nhựa bao gồm hỗn hợp của chất đóng rắn amin vòng béo và amin thơm.

Theo một phương án, hỗn hợp gồm các chất đóng rắn amin thơm 3,5-dietyltoluen-2,4-điamin và 3,5-dietyltoluen-2,6-điamin ở các tỷ lệ khác nhau được bổ sung vào chế phẩm nhựa. Ví dụ, 3,5-dietyltoluen-2,4-điamin và 3,5-dietyltoluen-2,6-điamin có thể được bổ sung theo tỷ lệ 1:9, 2:8, 3:7, 4:6, 5:5, 6:4, 7:3, 8:2 hoặc 9:1. Tốt hơn nếu, tỷ lệ giữa 3,5-dietyltoluen-2,4-điamin và 3,5-dietyltoluen-2,6-điamin trong hỗn hợp là khoảng 8:2.

Theo một phương án, chế phẩm nhựa bao gồm chất đóng rắn amin được hoạt hóa trong nước. Chất đóng rắn amin được hoạt hóa trong nước có thể, ví dụ, là ketimin. Khi tiếp xúc với hơi ẩm, chất đóng rắn amin được hoạt hóa trong nước có khả năng phản ứng với phân tử nước để tạo ra chất đóng rắn amin vòng béo hoặc thơm.

Theo một phương án được ưu tiên, chất đóng rắn amin được hoạt hóa trong nước là ketimin và chất đóng rắn được tạo ra bằng phản ứng của chất đóng rắn amin được hoạt hóa trong nước với nước là chất đóng rắn amin vòng béo.

Tốt hơn nếu, nhựa epoxy có mặt với lượng dư chất đóng rắn amin để tạo ra chế phẩm ổn định hơn và ngăn chặn sự rửa trôi chất đóng rắn. Theo một phương án, tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy hoặc bằng 2:1 hoặc nhỏ hơn. Ví dụ, tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy có thể hoặc bằng 2:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 1,9:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 1,8:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 1,7:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 1,6:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 1,5:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 1,4:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 1,3:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 1,2:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 1,1:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 1:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 0,9:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 0,8:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 0,7:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 0,6:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 0,5:1 hoặc nhỏ hơn, bằng 0,4:1 hoặc nhỏ hơn hoặc bằng 0,3:1 hoặc nhỏ hơn.

Theo một phương án, tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy ít nhất là 1:2. Ví dụ, tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy có thể ít nhất là 1:2, ít nhất là 1,5:2, ít nhất là 2:2, ít nhất là 2,5:2, ít nhất là 3:2 hoặc ít nhất là 3,5:2.

Theo phương án được ưu tiên, tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy nằm trong khoảng từ 7:10 đến 9:10. Ví dụ, tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy có thể nằm trong khoảng từ 7:10 đến 9:10, từ 7,5:10 đến 9:10, từ 8:10 đến 9:10, từ 8,5:10 đến 9:10, từ 7:10 đến 8,5:10, từ 7:10 đến 8:10 hoặc từ 7:10 đến 7,5:10.

Theo một phương án, tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy là 17:20.

Một hoặc nhiều loại chất kết hợp bao gồm nhóm siloxan được nối với nhóm epoxy có hoạt tính có thể được bổ sung vào chế phẩm nhựa.

Nhóm siloxan tốt hơn là nhóm siloxan mạch ngắn. Siloxan mạch ngắn được sử dụng làm các chất kết hợp để cải thiện độ bám dính giữa nhựa và bề mặt của nền thép, do đó tạo ra độ bền lâu dài dưới nước.

Tốt hơn nếu, chất kết hợp có ít hơn 10 nhóm siloxan. Chất kết hợp có thể có, ví dụ, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 hoặc 9 nhóm siloxan hoặc từ 1 đến 5, từ 1 đến 4, từ 1 đến 3, từ

2 đến 5 hoặc từ 3 đến 5 nhóm siloxan. Tốt nhất là, chất kết hợp này có một nhóm siloxan.

Nhóm siloxan có thể là nhóm siloxan mạch thẳng hoặc mạch nhánh. Tốt hơn nếu, nhóm siloxan là nhóm siloxan mạch thẳng.

Nhóm siloxan có thể bao gồm nhóm hydrocacbon hóa trị một được thế hoặc không được thế gồm từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon. Tốt hơn nếu, nhóm siloxan là nhóm siloxan có thể thủy phân. Nhóm siloxan có thể thủy phân có khả năng thủy phân trong điều kiện thích hợp, ví dụ trong điều kiện trong nước có tính axit hoặc kiềm, với sự có mặt hoặc không có mặt chất xúc tác để tạo thành các nhóm có khả năng thực hiện phản ứng trùng ngưng, như các nhóm silanol (Si-OH), có thể phản ứng một cách hiệu quả với nền và bằng cách đó nối chế phẩm nhựa với nền. Các nhóm có khả năng thủy phân được nêu làm ví dụ gồm, nhưng không giới hạn ở halogen như clo, brom, iot hoặc flo; nhóm alkoxy $-\text{OR}'$ (trong đó R' dùng để chỉ nhóm alkyl thấp, tốt hơn là chứa từ 1 đến 6, tốt hơn nữa là từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon và tùy ý có thể được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen); nhóm axyloxy $-\text{O}(\text{CO})-\text{R}''$ (trong đó R'' dùng để chỉ nhóm alkyl thấp, tốt hơn chứa từ 1 đến 6, tốt hơn nữa là từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon và mà tùy ý có thể được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen); và nhóm aryloxy $-\text{OR}'''$ (trong đó R''' là nhóm aryl, tốt hơn là chứa từ 6 đến 12, tốt hơn nữa là chứa từ 6 đến 10 nguyên tử cacbon, có thể tùy ý được thế bằng một hoặc nhiều phân tử thế độc lập được chọn từ halogen và các nhóm C_1 đến C_4 alkyl tùy ý có thể được thế bằng một hoặc nhiều nguyên tử halogen). R' , R'' và R''' có thể bao gồm cấu trúc mạch thẳng, mạch nhánh và/hoặc mạch vòng.

Siloxan và nhóm epoxy có hoạt tính có thể được nối bởi nhóm liên kết.

Theo một phương án, nhóm liên kết có 15 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn trong mỗi phân tử. Ví dụ, nhóm liên kết này có thể có 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14 hoặc 15 nguyên tử cacbon trong mỗi phân tử.

Theo một phương án, nhóm liên kết có 10 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn trong mỗi phân tử. Ví dụ, nhóm liên kết này có thể có 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 hoặc 10 nguyên tử cacbon trong mỗi phân tử.

Theo một phương án, nhóm liên kết có 5 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn trong mỗi phân tử. Ví dụ, nhóm liên kết này có thể có 1, 2, 3, 4 hoặc 5 nguyên tử cacbon trong mỗi phân tử.

Nhóm liên kết có thể là no hoặc không no.

Theo một phương án, nhóm liên kết bao gồm nhóm chức béo.

Theo một phương án khác, nhóm liên kết bao gồm nhóm chức alkoxy.

Nhóm epoxy có hoạt tính trong chất kết hợp tốt hơn là nhóm phân cực để phản ứng một cách hiệu quả với nhựa epoxy và bằng cách đó gắn nhựa epoxy với nền. Theo một phương án, nhóm epoxy có hoạt tính trong chất kết hợp bao gồm nhóm chức được chọn từ nhóm bao gồm oxiran, amin, carboxyl, anhydrit, metacrylat và hydroxyl.

Chất kết hợp có thể bao gồm 3-glycidýloxypropyl metoxysilan, 3-glycidýloxypropyl dimetoxysilan, 3-glycidýloxypropyl trimetoxysilan, 3-glycidýloxymetyl trimetoxysilan, 3-glycidýloxyetyl trimetoxysilan, 3-glycidýloxypropyl trimetoxysilan, 3-glycidýloxybutyl trimetoxysilan hoặc alkyl siloxan có đầu cuối amino như propyl siloxan có đầu cuối amino. Theo một phương án, chất kết hợp là 3-glycidýoxypropyltrimetoxysilan (3-GPTS).

Thông thường, chất kết hợp có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 1% đến khoảng 30% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Theo một phương án được ưu tiên, chất kết hợp có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 2% đến khoảng 20% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Ví dụ, chất kết hợp có thể có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 2% đến khoảng 20%, từ khoảng 2% đến khoảng 19%, từ khoảng 2% đến khoảng 18%, từ khoảng 2% đến khoảng 17%, từ khoảng 2% đến khoảng 16%, từ khoảng 2% đến khoảng 15%, từ khoảng 2% đến khoảng 14%, từ khoảng 2% đến khoảng 13%, từ khoảng 2% đến khoảng 12%, từ khoảng 2% đến khoảng 11%, từ khoảng 2% đến khoảng 10%, từ khoảng 2% đến khoảng 9%, từ khoảng 2% đến khoảng 8%, từ khoảng 2% đến khoảng 7%, từ khoảng 2% đến khoảng 6%, từ khoảng 2% đến khoảng 5%, từ khoảng 2% đến khoảng 4%, từ khoảng 2% đến khoảng 3%, từ khoảng 3% đến khoảng 20%, từ khoảng 4% đến khoảng 20%, từ khoảng 5% đến khoảng 20%, từ khoảng 6% đến khoảng 20%, từ khoảng 7% đến khoảng 20%, từ khoảng 8% đến khoảng 20%, từ khoảng 9% đến khoảng 20%, từ khoảng 10% đến khoảng 20%, từ khoảng 11% đến khoảng 20%, từ khoảng 12% đến khoảng 20%, từ

khoảng 13% đến khoảng 20%, từ khoảng 14% đến khoảng 20%, từ khoảng 15% đến khoảng 20%, từ khoảng 16% đến khoảng 20%, từ khoảng 17% đến khoảng 20%, từ khoảng 18% đến khoảng 20% hoặc từ khoảng 19% đến khoảng 20% trọng lượng trong chế phẩm nhựa.

Tốt hơn nếu, chất kết hợp có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 5% đến khoảng 10% trọng lượng trong chế phẩm nhựa. Tốt hơn nữa, chất kết hợp có mặt ở nồng độ bằng khoảng 10% trọng lượng trong chế phẩm nhựa.

Nhựa epoxy, chất đóng rắn amin và chất kết hợp có thể có mặt theo tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ khoảng 20:14:1 đến khoảng 20:18:4. Ví dụ, nhựa epoxy, chất đóng rắn amin và chất kết hợp có thể có mặt theo tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ khoảng 20:14:1 đến khoảng 20:18:4, từ khoảng 20:15:1 đến khoảng 20:18:4, từ khoảng 20:16:1 đến khoảng 20:18:4, từ khoảng 20:17:1 đến khoảng 20:18:4, từ khoảng 20:14:2 đến khoảng 20:18:4, từ khoảng 20:14:3 đến khoảng 20:18:4, từ khoảng 20:14:1 đến khoảng 20:17:4, từ khoảng 20:14:1 đến khoảng 20:16:4, từ khoảng 20:14:1 đến khoảng 20:15:4, từ khoảng 20:14:1 đến khoảng 20:18:3 hoặc từ khoảng 20:14:1 đến khoảng 20:18:2. Tốt hơn nếu, nhựa epoxy, chất đóng rắn amin và chất kết hợp có mặt theo tỷ lệ mol là khoảng 20:16:2. Tốt hơn nữa là, nhựa epoxy, chất đóng rắn amin và chất kết hợp có mặt theo tỷ lệ mol là khoảng 20:17:2.

Theo một phương án được ưu tiên về chế phẩm nhựa, nhựa epoxy bao gồm glycidyl diete của bisphenol A (DER 331) ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 50% đến khoảng 65% trọng lượng, từ khoảng 50% đến khoảng 60% trọng lượng, từ khoảng 55% đến khoảng 65% trọng lượng hoặc từ khoảng 55% đến khoảng 60% trọng lượng và poly(bisphenol A-co-epiclohydrin) glycidyl được gắn mũ ở đầu (DER 662) ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 10% đến khoảng 25% trọng lượng, từ khoảng 10% đến khoảng 20% trọng lượng, từ khoảng 10% đến khoảng 15% trọng lượng, từ khoảng 15% đến khoảng 25% trọng lượng, từ khoảng 20% đến khoảng 25% trọng lượng hoặc từ khoảng 15% đến khoảng 20% trọng lượng, chất đóng rắn thơm bao gồm hỗn hợp của 3,5-dietyltoleuen-2,4-điamin với 3,5-dietyltoleuen-2,6-điamin theo tỷ lệ 1:9, 2:8, 3:7, 4:6, 5:5, 6:4, 7:3, 8:2 hoặc 9:1 ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 5% đến khoảng 25% trọng lượng, từ khoảng 5% đến khoảng 20% trọng lượng, từ khoảng 5% đến khoảng 15% trọng lượng, từ khoảng 5% đến khoảng 10% trọng lượng, từ

khoảng 10% đến khoảng 25% trọng lượng, từ khoảng 15% đến khoảng 25% trọng lượng, từ khoảng 20% đến khoảng 25% trọng lượng hoặc từ khoảng 10% đến khoảng 15% trọng lượng và chất kết hợp bao gồm 3-glyxiđoxy-propyltrimetoxysilan (3-GPTS) ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 2% đến khoảng 15% trọng lượng, từ khoảng 3% đến khoảng 15% trọng lượng, từ khoảng 4% đến khoảng 15% trọng lượng, từ khoảng 5% đến khoảng 15% trọng lượng, từ khoảng 6% đến khoảng 15% trọng lượng, từ khoảng 7% đến khoảng 15% trọng lượng, từ khoảng 2% đến khoảng 14% trọng lượng, từ khoảng 2% đến khoảng 13% trọng lượng, từ khoảng 2% đến khoảng 12% trọng lượng, từ khoảng 2% đến khoảng 11% trọng lượng, từ khoảng 2% đến khoảng 10% trọng lượng, từ khoảng 2% đến khoảng 9% trọng lượng hoặc từ khoảng 2% đến khoảng 8% trọng lượng.

Theo một phương án, chế phẩm nhựa còn bao gồm chất kỵ nước. Theo một phương án, chất kỵ nước là polysiloxan hai chức mạch dài. Polysiloxan hai chức mạch dài được sử dụng để tăng cường tính kỵ nước, độ mềm dẻo và độ dai. Polysiloxan hai chức mạch dài tốt hơn là có đầu cuối amin. Các polysiloxan mạch dài được nêu làm ví dụ gồm, nhưng không giới hạn ở polydimethylsiloxan đầu cuối aminopropyl, polydimethylsiloxan đầu cuối vinyl, copolyme của vinylmetyl và dimetyl polysiloxan, copolyme của metacryloxypropylmetyl và dimetyl polysiloxan, polymetyl (phenylsiloxan) đầu cuối vinyl, dimethylsiloxo, copolyme của dimetylđiphenyl polysiloxan đầu cuối vinyl, vinyl polydimethylsiloxan có cấu trúc T, metacryloxypropyl polydimethylsiloxan có cấu trúc T, polydiphenyl siloxan hoặc polytriflo propyl siloxan.

Chế phẩm nhựa có thể còn bao gồm chất loại bỏ hơi ẩm để tạo thành lớp bảo vệ mà hút hơi ẩm xung quanh chế phẩm nhựa khi chế phẩm nhựa này được phủ lên nền và do đó tăng cường quy trình đóng rắn của nhựa epoxy. Chất loại bỏ hơi ẩm được nêu làm ví dụ gồm, nhưng không giới hạn ở silicon và tetraalkyl orthosilicat như tetraetyl orthosilicat và tetrapropyl orthosilicat (TEOS). Tốt hơn nếu, chất loại bỏ hơi ẩm là chất loại bỏ hơi ẩm dạng hạt nano. Tốt hơn nữa nếu, chất loại bỏ hơi ẩm dạng hạt nano này là tetraetyl orthosilicat (TEOS). Tốt hơn nếu, chất loại bỏ hơi ẩm có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 3% đến khoảng 10% trong chế phẩm nhựa. Ví dụ, chất loại bỏ hơi ẩm có thể có mặt ở nồng độ nằm trong khoảng từ khoảng 3% đến khoảng 10%, từ khoảng 3% đến khoảng 9%, từ khoảng 3% đến khoảng 8%, từ khoảng 3% đến khoảng 7%, từ khoảng 3% đến khoảng 6%, từ khoảng 3% đến khoảng 5%, từ khoảng

3% đến khoảng 4%, từ khoảng 4% đến khoảng 10%, từ khoảng 5% đến khoảng 10%, từ khoảng 6% đến khoảng 10%, từ khoảng 7% đến khoảng 10%, từ khoảng 8% đến khoảng 10% hoặc từ khoảng 9% đến khoảng 10% trong chế phẩm nhựa. Tốt nhất là, chất loại bỏ hơi ẩm có mặt ở nồng độ bằng khoảng 5% trong chế phẩm nhựa.

Chế phẩm nhựa cũng có thể chứa các chất phụ gia khác để mang lại hoặc cải thiện các tính chất mong muốn liên quan đến quy trình điều chế chế phẩm nhựa hoặc ứng dụng của nó. Các chất phụ gia này gồm, nhưng không giới hạn ở chất tăng tốc đông rắn, chất ức chế đông rắn, chất cải biến, chất cải biến độ nhớt, chất phân tán, chất thấm ướt, và/hoặc hỗn hợp của chúng. Ví dụ chất tăng tốc đông rắn và chất ức chế được nêu làm ví dụ gồm, nhưng không giới hạn ở phenol, phenalkamin, phức hợp kim loại, imidazol, bazơ Mannich và các chất tương tự.

Chất cải biến được nêu làm ví dụ gồm, nhưng không giới hạn ở, chất làm đặc như gom, xenluloza, polyme hòa tan trong nước, chất làm đặc kết hợp và polyme có thể phòng trong kiềm. Chất làm đặc thương mại hữu dụng điển hình và nhà cung cấp chúng là: Kelgin™; Alkogum™ (do Alco Chemical bán trên thị trường); Rheolate™ (do Rheox bán trên thị trường); Acrysol™ (do Rohm & Haas bán trên thị trường); và Carbopol™ (do B. F. Goodrich bán trên thị trường).

Chất cải biến độ nhớt được nêu làm ví dụ gồm, nhưng không giới hạn ở silic đioxit dạng keo và tinh bột được cải biến như tinh bột được gelatin hóa sơ bộ.

Chất phân tán được nêu làm ví dụ gồm, nhưng không giới hạn ở axit polyacrylic, axit polymetacrylic, polyvinyl pyrrolidon, axit xenluloza glycolic, axit carboxylic, axit béo, axit giống sáp, axit lactic và muối của chúng.

Các chất thấm ướt được nêu làm ví dụ gồm, nhưng không giới hạn ở dầu cá oxy hóa, organosulfonat được thế piperazin và organosulfonat được thế piperazinon.

Các chất phụ gia khác có thể có trong chế phẩm nhựa bao gồm thuốc nhuộm như titan oxit, kẽm trắng, muội than, oxit đỏ, catmi đỏ, bột vàng titan, phẩm lục coban, phẩm màu xanh, phẩm lam phổ, phẩm xanh coban, chất màu tím tông Mars, đỏ vĩnh cửu, màu vàng Hansa, đỏ Lake và các chất tương tự; các chất màu độn như silic oxit, silica-alumin, bột thủy tinh, hạt thủy tinh, mica, graphit, bari sulfat, cao lanh, đất sét, bentonit, đất tảo silic và đolômit; dung môi hữu cơ, chất chống cháy, chất khử bọt, chất xúc biến, chất dẻo và các chất tương tự.

Chế phẩm nhựa có thể được đề xuất có hoặc không có chất độn. Khi được đề xuất cùng với chất độn với lượng ít nhất đủ để tạo ra độ sệt giống bột nhào trong chế phẩm, chế phẩm nhựa có thể được dùng làm chế phẩm matit để tạo ra trạng thái bằng phẳng hoàn thiện cho lớp chế phẩm nhựa được phủ lên công trình dưới nước. Chất độn này bao gồm ít nhất một trong số chất độn khoáng, siloxan hữu cơ hoặc hỗn hợp của chúng. Chất độn này có thể bao gồm các hạt cỡ nano. Theo một phương án, chất độn khoáng được chọn từ bari oxit, silic oxit, bột đá tan, bụi mica hoặc hỗn hợp của chúng.

Chất độn có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 10% đến khoảng 30% trọng lượng chế phẩm nhựa tùy thuộc vào loại nhựa được sử dụng trong chế phẩm. Ví dụ, chất độn có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ khoảng 10% đến khoảng 30%, từ khoảng 10% đến khoảng 25%, từ khoảng 10% đến khoảng 20%, từ khoảng 10% đến khoảng 15%, từ khoảng 15% đến khoảng 30%, từ khoảng 20% đến khoảng 30% hoặc từ khoảng 25% đến khoảng 30% trọng lượng của chế phẩm nhựa. Tốt hơn nếu, chất độn có mặt với lượng bằng khoảng 20% trọng lượng của chế phẩm nhựa.

Các lượng thành phần nêu trên có thể được bổ sung vào chế phẩm nhựa có thể thay đổi trong các giới hạn hoạt động và có thể được xác định bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực liên quan.

Chế phẩm nhựa có thể được đề xuất ở dạng chưa được đóng rắn hoặc ở dạng được đóng rắn một phần.

Trước khi phủ chế phẩm nhựa lên nền, bề mặt của nền, ví dụ, đường ống bị hỏng, có thể được làm sạch để loại bỏ gỉ sắt, sự tắc nghẽn, dầu và các chất ô nhiễm khác, nhờ đó tăng cường độ bám dính của chế phẩm nhựa lên nền. Việc làm sạch có thể được tiến hành bằng cách sử dụng phương pháp đã biết như thổi cát, sử dụng bàn chải kim loại, phun nước, mài bóng bằng tay và các phương pháp tương tự.

Ngay khi chế phẩm nhựa được phủ lên bề mặt của nền, hơi ẩm, nhiệt, UV hoặc siêu âm có thể được sử dụng cho chế phẩm nhựa để hoạt hóa và tăng tốc phản ứng đóng rắn. Thời gian và các điều kiện đóng rắn phụ thuộc vào các yếu tố khác nhau, như chế phẩm nhựa được sử dụng, độ đặc của chế phẩm nhựa được sử dụng, quy trình đóng rắn (ví dụ, hơi ẩm, nhiệt, UV, siêu âm, v.v.) và nền. Thời gian đóng rắn bằng

khoảng 48 giờ ở nhiệt độ 80°C thường sẽ là đủ. Tốt hơn nếu, thời gian đóng rắn là 24 giờ ở nhiệt độ 90°C.

Nhiệt độ đóng rắn có thể nằm trong khoảng từ khoảng 25°C đến khoảng 175°C, từ khoảng 35°C đến khoảng 140°C, từ khoảng 45°C đến khoảng 120°C, từ khoảng 55°C đến khoảng 110°C, từ khoảng 55°C đến khoảng 100°C, từ khoảng 55°C đến khoảng 95°C, từ khoảng 65°C đến khoảng 95°C, từ khoảng 75°C đến khoảng 90°C, từ khoảng 80°C đến khoảng 85°C, từ khoảng 100°C đến khoảng 175°C, từ khoảng 110°C đến khoảng 170°C, từ khoảng 110°C đến khoảng 160°C, từ khoảng 110°C đến khoảng 150°C, từ khoảng 110°C đến khoảng 140°C, từ khoảng 110°C đến khoảng 130°C hoặc từ khoảng 110°C đến khoảng 120°C. Tốt hơn nếu, nhiệt độ đóng rắn nằm trong khoảng từ khoảng 35°C đến khoảng 140°C.

Độ dày của hợp phần dưới nước có thể thay đổi tùy thuộc vào các yếu tố như loại cấu trúc mà nó được phủ, bản chất và mức độ sửa chữa hoặc bảo dưỡng và môi trường trong đó công trình hoạt động (ví dụ, áp suất và nhiệt độ của môi trường dưới nước). Tốt hơn nếu, độ dày của lớp chế phẩm dưới nước là nhỏ hơn khoảng 2mm, khoảng 1mm, khoảng 0,9mm, khoảng 0,8mm, khoảng 0,7mm, khoảng 0,6mm hoặc khoảng 0,5mm. Tốt nhất là, độ dày của lớp này là khoảng 0,8mm. Chế phẩm nhựa có thể được phủ trực tiếp lên công trình dưới nước bằng cách sử dụng trực lẫn hoặc chổi, bằng cách sử dụng vật liệu mang (như mảnh vải) hoặc ở dạng composit gia cường sợi.

Composit gia cường sợi bao gồm vật liệu dạng sợi được tẩm chế phẩm nhựa như nêu trên. Vật liệu dạng sợi có thể là thủy tinh, polyaramit, graphit, silic oxit, thạch anh, cacbon, gốm, Kevlar, bazan hoặc sợi hữu cơ như polypropylen và polyetylen. Tốt hơn nếu, vật liệu dạng sợi là thủy tinh.

Tốt hơn nếu, composit gia cường sợi được kéo dài theo hình dạng, ví dụ ở dạng băng. Theo cách khác, composit gia cường sợi có thể có dạng miếng dán.

Composit gia cường sợi thường được phủ lên công trình dưới nước dọc theo đường đỉnh ốc hoặc xoắn ốc, như được thể hiện trên Fig.1. Như có thể quan sát thấy trên Fig.1, composit gia cường sợi (1) được bọc quanh một hoặc nhiều công trình dưới nước hình trụ (2) theo đường đỉnh ốc hoặc xoắn ốc. Tốt hơn nếu, composit gia cường sợi được phủ dọc theo đường đỉnh ốc hoặc xoắn ốc với 50% bề rộng của phần gói composit gia cường sợi. Composit gia cường sợi có thể được phủ lên công trình dưới

nước bằng vật liệu dạng sợi của nó được tẩm chế phẩm nhựa như nêu trên chưa được xử lý hoặc được xử lý một phần. Thông thường, compozit gia cường sợi được tạo ra ở dạng được xử lý một phần. Khi hoàn thành việc phủ compozit gia cường sợi lên công trình dưới nước, chế phẩm nhựa có thể được hoạt hóa bằng hơi ẩm hoặc nhiệt và được xử lý hoàn toàn. Khi chế phẩm nhựa được hoạt hóa bằng hơi ẩm, thì compozit gia cường sợi tốt hơn được bọc kín trong gói chống nước trước khi phủ lên công trình dưới nước. Khi compozit gia cường sợi được hoạt hóa bằng nhiệt, thì nhiệt có thể được truyền đến compozit gia cường sợi qua chấn gia nhiệt lỏng bên ngoài hoặc qua việc sử dụng nhiệt sinh ra từ chính công trình dưới nước.

Theo một phương án khác, sáng chế đề xuất sợi gấp lại được, bao gồm vật liệu dạng sợi kéo dài có dấu hiệu phân biệt được đặt song song với trục dọc và ở mép của vật liệu dạng sợi kéo dài. Sợi gấp lại được có thể còn chứa dấu hiệu phân biệt được đặt song song với trục dọc và ở giữa bề rộng của vật liệu dạng sợi kéo dài. Theo một phương án, sợi gấp lại được tẩm chế phẩm nhựa như nêu trên.

Dấu hiệu phân biệt có thể là sọc phản chiếu hoặc huỳnh quang với các bước sóng được thiết kế cho khả năng nhìn tối đa dưới nước. Tốt hơn nếu, dấu hiệu phân biệt là sọc huỳnh quang. Sọc huỳnh quang có khả năng phát sáng trong bóng tối để tăng cường khả năng nhìn dưới nước.

Bề rộng của vật liệu dạng sợi thường tùy thuộc vào ứng dụng, ví dụ kích thước của công trình dưới nước mà vật liệu được phủ lên đó hoặc bản chất và mức độ sửa chữa hoặc cải tạo và có thể nằm trong khoảng từ khoảng 50mm đến khoảng 1500mm. Tốt hơn nếu bề rộng của vật liệu dạng sợi nằm trong khoảng từ khoảng 50mm đến khoảng 1400mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 1300mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 1200mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 1100mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 1000mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 900mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 800mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 700mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 600mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 500mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 400mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 300mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 200mm, từ khoảng 50mm đến khoảng 100mm, từ khoảng 100mm đến khoảng 1400mm, từ khoảng 200mm đến khoảng 1300mm, từ khoảng 300mm đến khoảng 1200mm, từ khoảng 300mm đến khoảng 1000mm, từ khoảng 300mm đến khoảng 900mm, từ khoảng

300mm đến khoảng 800mm, từ khoảng 300mm đến khoảng 700mm hoặc từ khoảng 300mm đến khoảng 600mm. Vật liệu dạng sợi của compozit gia cường sợi hoặc sợi gấp lại được có thể được bố trí trên dải giấy lót không dính mà có khả năng chống dính với vật liệu dạng sợi khi compozit gia cường sợi hoặc sợi gấp lại được phủ lên công trình dưới nước. Điều này tạo ra độ ổn định compozit gia cường sợi hoặc sợi gấp lại khi người sử dụng tác dụng sức căng lên compozit gia cường sợi hoặc sợi gấp lại được trong khi bọc nó xung quanh công trình dưới nước. Giấy lót cũng bảo vệ găng tay của người sử dụng khi người này cầm vào compozit gia cường sợi hoặc sợi gấp lại được, tránh tiếp xúc trực tiếp với chế phẩm nhựa.

Chế phẩm nhựa có thể được phủ, bằng cách trực tiếp sử dụng trực lăn hoặc chổi, hoặc bằng cách sử dụng vật liệu mang (như mảnh vải) hoặc dưới dạng compozit gia cường sợi, cho công trình dưới nước bất kỳ. Các công trình dưới nước được nêu làm ví dụ có thể được phủ bằng chế phẩm nhựa phủ trên đó gồm, nhưng không giới hạn ở đường ống, ống khoan nổi, giàn nửa nổi nửa chìm, giàn bán chìm, cọc, cáp năng lượng, cáp tín hiệu, vòi thủy lực, thiết bị phục vụ cảng, phao, trạm dưới mặt biển và đơn vị khai thác dầu dưới mặt biển mà ít nhất được chìm một phần trong nước ngọt hoặc nước muối. Các công trình này có thể được làm bằng bê tông, gỗ, kim loại, cao su, thủy tinh, gốm và các hỗn hợp của chúng.

Chế phẩm nhựa được làm cho đặc biệt phù hợp để sử dụng cho các đường ống dưới nước, như các đường ống dẫn dầu và khí dưới nước.

Chế phẩm nhựa có thể được điều chế bằng quy trình bao gồm bước trộn:

(a) nhựa epoxy;

(b) chất đóng rắn amin thơm, trong đó tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy nhỏ hơn hoặc bằng 2:1; và

(c) chất kết hợp bao gồm nhóm siloxan được nối với nhóm epoxy có hoạt tính.

Theo một phương án, quy trình này còn bao gồm bước bổ sung chất đóng rắn amin vòng béo.

Theo một phương án khác, quy trình này còn bao gồm bước bổ sung chất kỵ nước, chất loại bỏ hơi ẩm, chất độn, chất tăng tốc đóng rắn, chất ức chế đóng rắn, chất

cải biến, chất cải biến độ nhớt, chất phân tán, chất thấm ướt và/hoặc hỗn hợp của chúng.

Các thành phần của chế phẩm nhựa có thể được trộn bằng cách sử dụng kỹ thuật tiêu chuẩn với máy khuấy cơ học, máy cô quay chân không, máy trộn Banbury và thiết bị tương tự. Quy trình trộn có thể được tiến hành ở nhiệt độ môi trường hoặc ở nhiệt độ lên đến 130°C, ở tốc độ trộn nằm trong khoảng từ 100 vòng/phút đến 300 vòng/phút. Tốt hơn nếu, quy trình trộn được tiến hành trong chân không để làm giảm lượng khí được đưa vào trong hỗn hợp.

Ví dụ thực hiện sáng chế

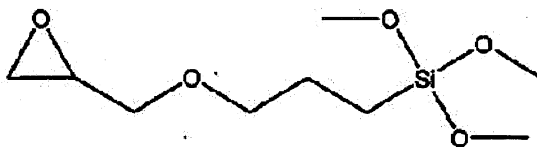
Các ví dụ bao gồm phương án tốt nhất và ví dụ so sánh sẽ được mô tả một cách chi tiết hơn bằng cách tham khảo các ví dụ cụ thể.

Vật liệu

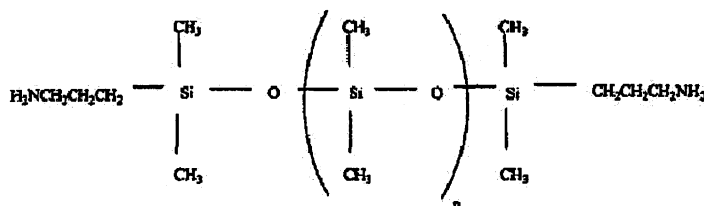
(A) Nhựa epoxy, chất đóng rắn, chất kết hợp và các vật liệu khác

Nhựa epoxy và chất đóng rắn được sử dụng trong chế phẩm thử nghiệm lần lượt được liệt kê trong Bảng 1 và 2 dưới đây. Loại trừ DER 662, tất cả các nhựa epoxy được sử dụng ở dạng lỏng ở nhiệt độ môi trường. DER 662 là chất rắn ở dạng hạt mịn, được nghiền trước khi được trộn và hòa tan trong chế phẩm thử nghiệm. Sợi thủy tinh sa tanh dệt với trọng lượng theo diện tích là 200g/m² được sử dụng làm chất mang nền.

(3-Glycidyloxypropyl) trimetoxysilan (GPTS) có cấu trúc hóa học sau, được sử dụng làm chất kết hợp và được lấy từ nguồn Aldrich:

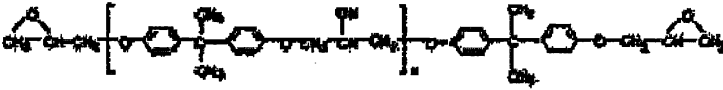
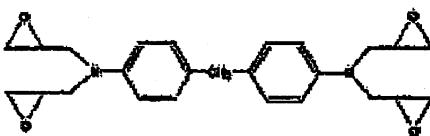
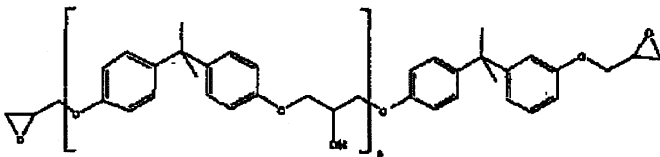


Polydimethyl siloxan đầu cuối aminopropyl (ATPDMS) có cấu trúc hóa học sau, được sử dụng làm chất kỵ nước và được lấy từ nguồn Gelest:

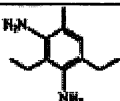
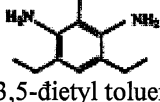
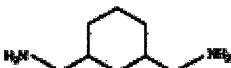
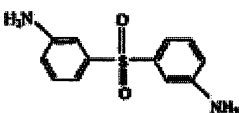
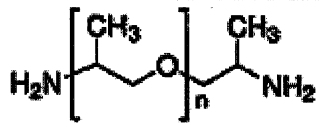


Tetraethyl orthosilicat (TEOS) được mua từ Merk.

Bảng 1. Nhựa epoxy

Nhựa	Tên hóa học	Cấu trúc hóa học	Nguồn
DER 331	Điglycidyl ete của bisphenol A (DGEBA)		Dow Chemicals
MY-720	Tetraglycidyl 1-4,4'-điaminodiphenyl metan (TGDDM)		Huntsman Advanced
DER 662	Poly(bisphenol A-co-epichlorohydrin) glycidyl được gắn mũ ở đầu		Dow Chemicals

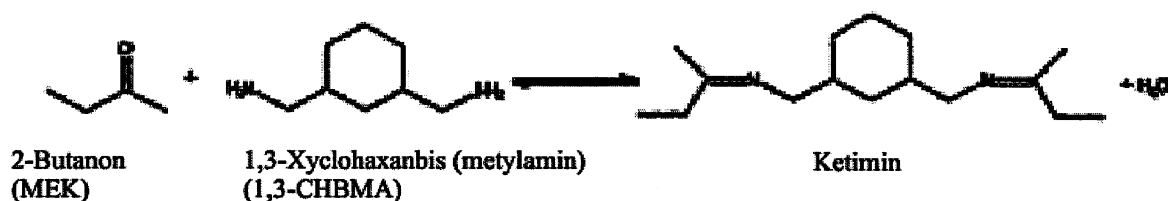
Bảng 2. Chất đóng rắn

Chất đóng rắn	Tên hóa học	Cấu trúc hóa học	Nguồn
E100	Dietyl-toluenđiamin	 3,5-dietyl toluen 2,4-điamin 80%  3,5-dietyl toluen 2,6-điamin 20%	Plastral
CHBMA	1,3-xyclohexan bis(metylamin)		Aldrich
3,3'-DDS	3,3'-điaminodiphenyl sulfon)		Aldrich
PPGBAPE	Poly(propylen-glycol)bis(2-aminopropyl ete)		Aldrich

(B) Ketimin

Ketimin là phân tử có thể phản ứng với nước để tạo thành phân tử dung môi (2-butanon hoặc metyl etyl keton, EK) và amin (CHBMA), ketimin hữu ích làm chất đóng rắn epoxy. Như được thể hiện trong sơ đồ 1, phản ứng này là thuận nghịch.

Sơ đồ 1



Ketimin có trong một số chế phẩm thử nghiệm để đánh giá khả năng làm chất đóng rắn “ẩn” của nó mà sẽ chỉ được hoạt hóa khi chế phẩm thử nghiệm tiếp xúc với nước hoặc hơi ẩm.

Lượng dư của MEK (ít nhất là dư 2,5mol) được sử dụng để đảm bảo rằng phản ứng trong sơ đồ 1 trên đây hoàn thành. Khoảng 1% trọng lượng Amberlyst-15 được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng làm chất xúc tác. Nhiệt độ hơi của hỗn hợp được duy trì trong khoảng từ 73,8°C đến 76,0°C trong thời gian 3 giờ. Nước và MEK được loại bỏ dưới dạng hỗn hợp đồng sôi. Do tốc độ ngưng tụ của hơi giảm trong quá trình phản ứng, nên nhiệt độ được tăng lên cho đến khi nhiệt độ hơi nằm trong khoảng từ 76°C đến 81°C. Phản ứng được duy trì ở khoảng nhiệt độ này trong thêm một giờ nữa. Chất xúc tác rắn (Amberlyst-15) sau đó được lấy ra khỏi hỗn hợp thu được bằng cách lọc, trong khi lượng dư MEK được lấy ra dưới áp suất giảm (ở 2000Pa (20mbar)) bằng cách sử dụng thiết bị bay hơi kiểu quay trong thời gian khoảng 2 giờ. Sản phẩm ketimin được tách dưới dạng dầu và được phân tích bằng ¹³C NMR để khẳng định tính đồng nhất của nó.

Phương pháp

(A) Chuẩn bị vật liệu tấm trước

Chế phẩm thử nghiệm được phủ và rải đều lên bề mặt của sợi thủy tinh. Vật liệu được giữ ở nhiệt độ môi trường trong tủ hút để làm tăng độ nhớt của nhựa trước khi sử dụng. Tỷ lệ trọng lượng giữa chế phẩm thử nghiệm và sợi thủy tinh là 1:1.

(B) Pha chế nước biển nhân tạo

Nước biển nhân tạo được pha chế bằng cách hoà tan 1 kg muối biển hồng trong 30 lít nước đã được khử ion.

(C) Chuẩn bị vật liệu tấm composít cho phân tích DMTA

Vật liệu tấm trước đã được chuẩn bị như trên được cắt thành các dải (25 x 76mm) và được nhúng trong nước biển nhân tạo mà được pha chế bằng cách bổ sung 1 kg muối biển hồng vào 30 lít nước đã được khử ion. Bốn dải được kết hợp để tạo thành tấm 4 lớp, sau đó được kẹp giữa hai tấm thủy tinh được giữ cùng nhau bằng các kẹp giấy. Các mẫu tấm 4 lớp được xử lý trong két chứa nước biển nhân tạo ở nhiệt độ 20°C (nhiệt độ môi trường), 60°C hoặc 80°C. Các mẫu dạng lớp mỏng được lấy ra khỏi các thùng tương ứng ở các thời gian cụ thể (trong khoảng từ 2 giờ đến 11 ngày) để phân tích DMTA.

(D) Thử nghiệm trượt tấm nối đơn

Các đĩa thép không gỉ (cấp độ 300 trong AS/NZS 3678) được dùng làm nền kim loại cho các thử nghiệm trượt tấm nối đơn. Bề mặt liên kết được làm sạch bằng quy trình thổi cát bằng cách sử dụng vật liệu mài mòn góc (Garnet, 30/60), tạo ra bề mặt nhám nằm trong khoảng từ 50 đến 80 micromet. Các mẫu đã được thổi cát được giữ trong tủ sấy chân không để tránh nhiễm tạp bề mặt trước khi liên kết với chế phẩm thử nghiệm.

Bề mặt đã được thổi cát của các đĩa thép được điều chế theo điều kiện kỹ thuật công nghiệp bằng cách sử dụng các tiêu chuẩn điều chế bề mặt của Úc cho ống thép AS1627 - 1997.

Các mẫu thử nghiệm trượt tấm nối đơn được chuẩn bị theo ASTM D1002 (xem Fig.2). Dải cao su silicon có độ dày bằng 2mm được sử dụng làm tấm đệm giữa hai đĩa thép.

Các dải tấm trước được cắt đến kích thước có diện tích liên kết (25,4mm x 38mm). Các dải tấm trước được tấm chế phẩm thử nghiệm có chứa amin thơm (mẫu sgl-64A hoặc sg-101), chế phẩm thử nghiệm có chứa ketimin (mẫu sgl-66), chế phẩm thử nghiệm có chứa PDMS (mẫu sgl-67B), chế phẩm thử nghiệm có chứa amin xycloaliphatic (CHBMA), chế phẩm thử nghiệm có chứa amin béo (PPGBAPE) hoặc chế phẩm thương mại.

Trước tiên, dải tấm trước được nhúng vào nước biển nhân tạo và sau đó được đặt lên cả hai phía của các đĩa thép. Khung kim loại được sử dụng để hỗ trợ cho việc sắp thẳng hàng. Các phần đã lắp ghép được giữ cùng nhau bằng cách sử dụng kẹp giấy và được xử lý trong nước biển nhân tạo ở nhiệt độ cao là 80°C trong thời gian 48 giờ

hoặc 90°C trong thời gian 24 giờ. Sau đó, các mẫu được bảo quản trong nước biển nhân tạo ở nhiệt độ môi trường cho đến khi tiến hành các thử nghiệm cơ học (thử nghiệm các kiểu hư hỏng dính kết và bám dính).

(E) Mô tả đặc điểm và phân tích mẫu

Phép đo nhiệt lượng quét vi sai (Differential Scanning Calorimetry-DSC)

DSC là nghiên cứu về các chuyển tiếp nhiệt trong vật liệu cụ thể dưới dạng hàm thời gian hoặc nhiệt độ. Dữ liệu này thu được từ DSC cung cấp thông tin liên quan đến các phản ứng hóa học nào xảy ra trong vật liệu, phản ứng xảy ra ở nhiệt độ nào, phản ứng xảy ra nhanh ra sao và phản ứng xảy ra trong khung thời gian nào. Các dữ liệu này có thể cung cấp chỉ báo về mức độ đóng rắn và các điều kiện cần để thu được sự đóng rắn tối đa (hoặc gần như hoàn toàn) của vật liệu. DSC cũng có thể cung cấp chỉ báo về nhiệt độ chuyển pha thủy tinh của vật liệu hoặc nhiệt độ, tại đó vật liệu sẽ bắt đầu trở nên mềm. Tính chất này liên quan đến mức độ đóng rắn và liên kết ngang trong cấu trúc mạng.

Phân tích DSC được thực hiện trên Mettler Toledo 821 với phần mềm “Star Software” phiên bản 9. Modul này được định chuẩn bằng phương pháp tổng indi/kẽm. Mẫu được chạy để thay đổi chế độ DSC với tốc độ gia nhiệt bằng 10°C phút⁻¹. Nitơ được sử dụng dưới dạng khí môi trường. Các mẫu với lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 50mg được bao nang trong nồi nhôm trọng lượng nhẹ (13mg). Tỷ lệ phần trăm mẫu đóng rắn còn lại được xác định bằng cách đo entanpy kết hợp với nhựa chưa phản ứng và sau đó so sánh entanpy đo được với entanpy được giải phóng khỏi mẫu ngâm trước để kiểm tra động lực tương tự.

Phân tích nhiệt cơ động lực (Dynamic Mechanical Thermal Analysis - DMTA)

DMTA cung cấp thông tin về tính chất của vật liệu đáp lại lực tác dụng ở tần số và nhiệt độ xác định. DMTA cung cấp thông tin về các tính chất cơ học của vật liệu, có thể liên quan tới mạng lưới cấu trúc của nó.

Phân tích DMTA được tiến hành trên Rheometrics Scientific V. Công cụ này được kiểm soát bằng máy tính thông qua phần mềm “Orchestrator”. Các mẫu tấm nhiều lớp được chuẩn bị trong phần “phương pháp” (B) trên đây được cắt thành các bề rộng bằng 10mm ± 0,2mm. Tất cả các mẫu được chạy trên khung nhỏ ở chế độ trộn

cần đơn với biến dạng 0,05%. Phân tích tần suất đơn (1 Hz) được thực hiện ở khoảng nhiệt độ từ 30°C đến 350°C, ở tốc độ gia nhiệt là 5°C phút⁻¹. Nhiệt độ chuyển pha thủy tinh thu được bằng cách xác định vị trí đỉnh tan δ .

Cộng hưởng từ hạt nhân (Nuclear Magnetic Resonance - NMR)

Cộng hưởng từ hạt nhân (NMR) được đo trên Bruker BioSpin Av200 bằng phần mềm "ICON-NMR" (phiên bản 4.2). Xấp xỉ từ 50mg đến 100mg mẫu được hòa tan trong 0,7ml clorofom được đơteri hóa. Thử nghiệm ¹³C (50 MHz) được đo và sự thay đổi ở 170 ppm được sử dụng để xác định nhóm chức của imin (C=N) trong ketimin.

(F) Thời gian bảo quản

Thời gian bảo quản được xác định định tính bằng cách quan sát xem liệu chế phẩm thử nghiệm có trở nên không hoạt động trong một ngày ở nhiệt độ trong phòng hoặc sau khi bảo quản ở nhiệt độ 4°C trong vài ngày hay không. Các chế phẩm thử nghiệm này được cho là không thể đáp ứng các yêu cầu xử lý và bảo quản mong muốn.

Ví dụ 1

Chế phẩm thử nghiệm sơ bộ

Bảng 3 thể hiện các hợp phần của các chế phẩm thử nghiệm khác nhau được tạo ra trong thử nghiệm ban đầu. Các hợp phần này có chứa nhựa epoxy (DGEBA), chất đóng rắn amin xycloaliphatic (1,3-CHBMA) hoặc chất đóng rắn thơm (3,3'-DDS hoặc E100) và tùy ý siloxan (GPTS) hoặc silan (TEOS). Nhiệt độ bắt đầu đóng rắn tương ứng (như được xác định bằng cách sử dụng phép phân tích DSC ở tốc độ gia nhiệt là 10°C/phút) cũng được thể hiện trong Bảng 3.

Bảng 3. Các chế phẩm nhựa thử nghiệm sơ bộ được đóng rắn trong nước biển nhân tạo ở nhiệt độ 80°C

Số nhận biệt mẫu	Nhựa	Chất đóng rắn	Siloxan hoặc silan	Độ bám dính vào nền	Nhiệt độ bắt đầu đóng rắn (°C)
sg1-5A	DGEBA	1,3-CHBMA	-	Thấp	từ 25 đến 30
sg1-5C	DGEBA	E100	-	Thấp	từ 90 đến 100
sg1-9B	DGEBA	E100	3-GPTS (Siloxan)	Cao	từ 110 đến 120
sg1-6B	DGEBA	3,3'-DDS	TEOS (Silan)	Trung bình	từ 120 đến 130
sg1-9A	DGEBA	1,3-CHBMA +E100	-	Trung bình	từ 30 đến 40, từ 130 đến 140

Việc bổ sung amin vòng béo (như 1,3-CHBMA) vào chế phẩm thử nghiệm (như trong mẫu sg1-5A) được thể hiện là làm giảm nhiệt độ bắt đầu đóng rắn của chế phẩm ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 25 đến 30°C. Ngược lại, việc bổ sung các amin thơm (như E100) vào chế phẩm thử nghiệm (như trong mẫu sg1-5C) được thể hiện là làm tăng nhiệt độ bắt đầu đóng rắn đến nhiệt độ từ 90 đến 100°C.

Amin xycloaliphatic (1,3-CHBMA) cũng như amin thơm (E100) được bổ sung vào mẫu thử nghiệm sg1-9A. Chế phẩm thử nghiệm này thể hiện hai nhiệt độ bắt đầu đóng rắn, trước tiên ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 40°C và sau đó ở nhiệt độ từ 130 đến 140°C, chỉ ra rằng chế phẩm thử nghiệm này cần nhiệt bổ sung để có được liên kết ngang hoàn chỉnh cho mạng lưới epoxy. Tuy nhiên, nên lưu ý rằng độ bền bám dính được cải thiện khi amin thơm được bổ sung vào cùng với amin xycloaliphatic so với khi chỉ bổ sung amin vòng béo.

Mẫu thử nghiệm sg1-9B đã được chứng minh là có độ bám dính rất tốt vào nền thủy tinh do việc bổ sung 3-GPTS vào chế phẩm nhựa epoxy bao gồm chất đóng rắn amin thơm E100. Ngược lại, các mẫu thử nghiệm sg1-5A và 5C (không bổ sung 3-GPTS) đã cho thấy độ bám dính thấp vào nền thủy tinh, trong khi các mẫu thử nghiệm sg1-6B (có bổ sung silan TEOS) và sg1-9A (không bổ sung chất kết hợp) chỉ thể hiện độ bám dính trung bình vào nền thủy tinh. Độ bám dính của mẫu thử nghiệm sg1-9B vào nền thủy tinh chắc đến mức mẫu thử nghiệm không thể được lấy ra khỏi phiến

kính mỏng để phân tích DMTA. Chế phẩm này cũng thể hiện đặc tính dai tốt, làm cho nó rất khó khăn khi dùng để chuẩn bị các mẫu để phân tích DSC. Do độ bám dính rất tốt vào nền thủy tinh trong nước biển nhân tạo khi được đóng rắn ở nhiệt độ cao là 80°C, nên mẫu thử nghiệm sgl-9B được chọn làm chế phẩm gốc để phát triển các chế phẩm thử nghiệm bổ sung trong ví dụ 2 dưới đây.

Ví dụ 2

Các chế phẩm nhựa epoxy với chất đóng rắn amin thơm

Hợp phần của chế phẩm gốc “A” được thể hiện trong Bảng 4. Các nhựa epoxy được sử dụng là DER 331 (hoặc DGEBA) và DER 662, amin thơm được sử dụng là E100 và chất kết hợp được sử dụng là GPTS.

Bảng 4. Hợp phần của chế phẩm gốc “A”

Thành phần	Phần trọng lượng
DER 331 (DGEBA)	57,1
Der 662	21,0
GPTS	7,8
E100	14,1
Tổng	100,0

Chế phẩm thử nghiệm bổ sung có chất đóng rắn amin thơm E100 được điều chế và đóng rắn trong nước biển nhân tạo ở nhiệt độ 60°C hoặc 80°C như được thể hiện trong Bảng 5.

Bảng 5. Chế phẩm thử nghiệm bổ sung với các chất đóng rắn amin thơm

Số nhận biết mẫu	Chế phẩm thử nghiệm (GPTS % trọng lượng)	Nhiệt độ của nước biển nhân tạo
sg1-24C	DER (331+662) + GPTS:E100 (11%)	60°C
sg1-32A	DER (331+662) + GPTS:E100 (10%)	60°C
sg1-32B	DER (331+662) + GPTS:E100 (15%)	60°C
sg1-59B	TGDDM + GPTS:E100 (10%)	60°C
sg1-59C	DER (331+662)+TGDDM+GPTS:E100 (10%)	60°C
sg1-60	DER (331+662) + GPTS:E100 (10%)	80°C
sg1-63	DER (331+662) + GPTS:E100 (10%)	80°C

DDS = 3,3'-DDS

(a) Các chế phẩm nhựa được đóng rắn ở nhiệt độ 60°C trong nước biển nhân tạo

Trong môi trường dưới biển, chỉ có thể tạo ra nhiệt bên ngoài giới hạn để hỗ trợ quy trình đóng rắn composit. Thông thường, tốc độ đóng rắn gấp đôi ở mỗi lần tăng 10°C ở nhiệt độ đóng rắn.

Dữ liệu sơ bộ về chế phẩm thương mại và thử nghiệm đã cho thấy rằng T_g và các tính chất khác của các vật liệu composit không đáp ứng thông số kỹ thuật công nghiệp được yêu cầu khi được đóng rắn ở nhiệt độ môi trường là khoảng 25°C (dữ liệu không được thể hiện). Do đó, hàng loạt thử nghiệm ở nhiệt độ đóng rắn cao hơn 60°C và 80°C được thực hiện. Như được thể hiện trong Bảng 5, các mẫu thử nghiệm sgl-24C, sgl-32A, sgl-32B, sgl-59B và sgl-59C được thử nghiệm ở nhiệt độ 60°C trong khi các mẫu thử nghiệm sgl-60 và sgl-63 được thử nghiệm ở nhiệt độ 80°C.

Các mẫu được phân tích DMTA, trong đó các đỉnh tan δ tương ứng, mà cung cấp chỉ báo về chuyển động phân tử trong vật liệu, được so sánh. Đỉnh tan δ rộng hoặc gấp đôi biểu thị nhiều cấu trúc hóa học, với đỉnh T_g thấp nhất biểu thị mạng lưới được đóng rắn không hoàn toàn hoặc thấp. Fig.3 thể hiện thay đổi tan δ dưới dạng hàm thời gian cho các mẫu thử nghiệm được đóng rắn ở nhiệt độ 60°C trong nước biển nhân tạo (tức là, các mẫu sgl-24C, sgl-32A, sgl-32B, sgl-59B và sgl-59C). T_g được quan sát thấy tăng nhanh trong thời gian 48 giờ đầu đối với tất cả các mẫu, có sự tăng thêm T_g ở nhiệt độ khoảng 15°C trong 9 ngày tiếp theo. Cũng nhận thấy rằng các giá trị T_g cho các mẫu sgl-32A (GPTS 10%), sgl-24C (GPTS 11%) và sgl-32B (GPTS 15%) là tương đương. Do đó, hàm lượng của chất kết hợp (GPTS) ít ảnh hưởng đến T_g khi được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 15% trọng lượng. Mẫu sgl-59B, có chứa TGDDM thay cho DER (331 và 662), thể hiện T_g cao nhất trong khoảng thời gian thử nghiệm 11 ngày. Tuy nhiên, việc sử dụng nhựa epoxy bốn nhóm chức TGDDM trong mẫu sgl-59B thay cho nhựa epoxy hai chức DER (331 và 662) trong mẫu sgl-32A tạo ra phổ DMTA với hai giá trị T_g (Fig.4). Giá trị T_g thấp hơn được thấy ở đỉnh thứ nhất ở nhiệt độ 92,548°C và giá trị T_g cao hơn cho thấy ở đỉnh thứ hai ở nhiệt độ 114,22°C. Điều này có thể là do khả năng phản ứng thấp hơn của TGDDM

so với DER 331 (DGEBA) ở nhiệt độ 60°C và độ mềm dẻo thấp của các phân tử TGDDM so với các phân tử DER 331 (DGEBA).

(b) Các chế phẩm nhựa được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C trong nước biển nhân tạo

Để cải thiện các giá trị Tg của chế phẩm thử nghiệm, bể nước biển nhân tạo được thiết đặt ở nhiệt độ 80°C để đóng rắn các lớp mỏng được tẩm các chế phẩm thử nghiệm. Hai chế phẩm thử nghiệm bao gồm các amin thơm E100 (mẫu sgl-60) hoặc DDS (mẫu sgl-63) được đóng rắn trong bể nước biển nhân tạo ở nhiệt độ 80°C. Các tấm nhựa dạng lớp bổ sung được tẩm hai chế phẩm này cũng được đóng rắn trong lò khô ở nhiệt độ 175°C trong thời gian 2 giờ để xác định Tg có thể đạt được cho hai chế phẩm này khi được đóng rắn hoàn toàn. Tg cho các lớp mỏng được đóng rắn hoàn toàn được tẩm các mẫu sgl-60 và sgl-63 lần lượt là 140°C (Fig.5) và 171°C (Fig.6) như được xác định bằng cách sử dụng phân tích DMTA.

Fig.5 thể hiện sự tăng của các giá trị Tg đối với mẫu sgl-60 được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C so với mẫu sgl-32A được đóng rắn ở nhiệt độ 60°C trong các khoảng thời gian đóng rắn lên đến 11 ngày. Cả hai mẫu có cùng hợp phần (như được thể hiện trong Bảng 5), nhưng được đóng rắn ở các nhiệt độ khác nhau. Mẫu sgl-60 được đóng rắn ở nhiệt độ cao hơn là 80°C thể hiện giá trị Tg cao hơn là 136°C sau 7 ngày, gần với Tg lớn nhất là 140°C có thể thu được khi vật liệu được đóng rắn hoàn toàn trong lò khô ở nhiệt độ 175°C trong thời gian 2 giờ. Ngược lại, ngay cả sau 11 ngày đóng rắn, mẫu sgl-32A được đóng rắn ở nhiệt độ 60°C chỉ thể hiện giá trị Tg là 126,5°C. Các kết quả này thể hiện rằng việc bổ sung nhiệt là quan trọng để đạt được tỷ trọng liên kết ngang cao hơn và các giá trị Tg cao hơn.

Fig.6 thể hiện phổ DMTA cho mẫu sgl-63. Nhiều đỉnh tan δ xuất hiện từ các cấu trúc hóa học khác nhau của hai phân tử epoxy DDS (3,3'-DDS và 4,4'-DDS) được sử dụng trong chế phẩm. Khi được đóng rắn ở nhiệt độ 175°C trong lò khô trong thời gian 2 giờ, chế phẩm được đóng rắn hoàn toàn thể hiện giá trị Tg cao là 170°C. Nhiệt độ đóng rắn cao hơn 140°C thường được yêu cầu để đóng rắn 4,4'-DDS. Do đó, khi chỉ được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C, việc không có khả năng phản ứng của 4,4'-DDS ở nhiệt độ đóng rắn thấp này dẫn đến các giá trị Tg thấp là 85°C và 103°C cho mẫu sgl-63. Các giá trị Tg này cho các mẫu sgl-63 (chứa DDS) thấp hơn giá trị Tg ở 122°C thu được sau 24 giờ (1 ngày) cho mẫu sgl-60, chứa E100 thay cho DDS.

Ví dụ 3

Các chế phẩm nhựa epoxy với ketimin được hoạt hóa trong nước

Ngay khi được ngâm trong nước, các phân tử ketimin được bổ sung vào chế phẩm thử nghiệm được mong đợi là phản ứng với nước để tạo ra chất đóng rắn amin xycloaliphatic 1,3-CHBMA. Vì đây là chất đóng rắn béo, nên nó được mong đợi là phản ứng hoàn toàn với các nhóm epoxy của nhựa và đó đó sẽ chỉ cần lượng nhiệt bổ sung nhỏ để phản ứng xảy ra giữa hai hợp chất.

Để kết hợp các ưu điểm của việc đóng rắn nhanh ở nhiệt độ đóng rắn thấp như đã thấy đối với nhựa epoxy được đóng rắn bằng amin béo với ưu điểm là có thời gian bảo quản lâu hơn và giá trị Tg cao hơn được quan sát thấy đối với nhựa epoxy được đóng rắn bằng amin thơm, chế phẩm thử nghiệm bao gồm nhựa epoxy, ketimin (thay cho chất đóng rắn amin thơm) và chất kết hợp bao gồm nhóm siloxan được tạo ra. Ketimin bao gồm amin béo được ngăn không cho phản ứng với nước bằng gốc keton béo. Khi phân tử ketimin phản ứng với nước (sơ đồ 1 trong phần “vật liệu” (C) trên đây), amin được tạo ra mà có thể phản ứng với epoxy. Fig.7 thể hiện phổ ^{13}C NMR của ketimin mà được tổng hợp theo phương pháp được nêu trong phần “vật liệu” (C) trên đây. Sự tạo thành ketimin được xác nhận bằng đỉnh “imin” ($\text{C}=\text{N}$) được quan sát thấy ở 170 phần triệu.

Hợp phần của chế phẩm gốc “B” có chứa ketimin được thể hiện trong Bảng 6 và mẫu thử nghiệm sử dụng chế phẩm gốc này được thể hiện trong Bảng 7.

Bảng 6. Hợp phần của chế phẩm gốc “B” có chứa ketimin

Thành phần	Phần trọng lượng
MY-721	63,0
GPTS	6,4
Ketimin	30,6
Tổng	100,0

Bảng 7. Chế phẩm thử nghiệm với ketimin

Số nhận biết mẫu	Chế phẩm nhựa epoxy (GPTS % trọng lượng)	Nhiệt độ của nước biển nhân tạo
sg1-54C	DGEBA + GPTS (10,1%) + Ketimin	60°C
sg1-55C	DGEBA + GPTS (5,0%) + Ketimin	60°C

Chế phẩm thử nghiệm với ketimin chứng minh thời gian bảo quản thích hợp như được quan sát thấy trong quy trình xử lý vật liệu này, do đó làm cho chế phẩm này thích hợp để sử dụng trong việc sản xuất chất tấm trước hoặc vật liệu composit gấp lại được. Việc tiếp xúc với nước làm giải phóng amin vòng béo 1,3-CHBMA và vật liệu có thể được đóng rắn tương đối nhanh. Sự đóng rắn hoàn toàn có thể đạt được trong 2 giờ ở nhiệt độ môi trường (23°C).

Tuy nhiên, sự hoạt hóa tất cả các nhóm amin sẵn có sẽ đòi hỏi ketimin phải được tiếp xúc đủ với nước.

Ví dụ 4

Vật liệu composit mạng lưới xuyên thấm (IPN): Các chế phẩm nhựa epoxy với chất đóng rắn amin thơm và PDMS

Các polyme mạng lưới xuyên thấm được thiết kế để có các tính chất vật liệu mà kết hợp các đặc điểm tốt nhất của hai pha độc lập. Ví dụ, polyme đàn hồi có thể được sử dụng để làm cho cứng giòn nhưng ổn định nhiệt các nhựa epoxy.

Chế phẩm thử nghiệm được điều chế, chế phẩm này chứa polysiloxan ATPDMS đầu cuối amino phản ứng nhanh và linh động với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 20% và chất đóng rắn amin thơm phản ứng chậm E100. ATPDMS trước tiên phản ứng để tạo ra mạch polyme (đàn hồi) mềm dẻo mà sau đó thâm nhập vào mạng lưới epoxy cứng. Hợp phần của chế phẩm gốc “C” bao gồm ATPDMS (hoặc chế phẩm gốc “IPN”) được thể hiện trong Bảng 8. Các mẫu thử nghiệm của chế phẩm gốc “IPN” được thể hiện trong Bảng 9.

Bảng 8. Hợp phần của chế phẩm gốc “C” bao gồm ATPDMS (hoặc chế phẩm gốc “IPN”)

Thành phần	Phần trọng lượng
DER 331	51,9
DER 662	19,1
GPTS	7,1
E100	12,8
ATPDMS	9,1
Tổng	100,0

Bảng 9. Chế phẩm “IPN” thử nghiệm

Số nhận biết mẫu	Chế phẩm nhựa epoxy (ATPDMS, % trọng lượng)	Nhiệt độ của nước biển nhân tạo
sg1-65A	DER (331+662) + GPTS + E100 + ATPDMS (10%)	80°C
sg1-65B	DER (331+662) + GPTS + E100 + ATPDMS (10%)	80°C

Fig.8 thể hiện các tính chất Tg của chế phẩm thử nghiệm với ATPDMS. Tg tương tự đạt được sau 1 ngày đóng rắn đối với cả hai chế phẩm ATPDMS 10% và 20%, cho thấy rằng mạch polysiloxan xuyên thấm hoàn toàn. Trong khi thời gian bảo quản được cho thấy là ngắn hơn một chút so với chế phẩm không có ATPDMS, vật liệu composit của chế phẩm “IPN” thử nghiệm vẫn có thể được điều chế sau 24 giờ bảo quản trong tủ lạnh ở nhiệt độ 4°C.

Việc xác định độ thấm ướt thô được tiến hành bằng cách quan sát góc tiếp xúc của giọt nước tinh khiết trên bề mặt phẳng được phủ bằng chế phẩm thử nghiệm. Giọt nước này được đẩy khỏi bề mặt được phủ chế phẩm “IPN” sg1-65A đến mức lớn hơn so với bề mặt được phủ chế phẩm không có IPN sg1-32A (Fig.9). Điều này là do sự kết hợp của các nhóm ATPDMS kỵ nước trong chế phẩm “IPN”. Do đó, chế phẩm “IPN” mang lại tính chịu nước cho chế phẩm nhựa, được mong đợi là tạo ra độ bám dính tăng cường của nhựa với nền và độ bền trong khoảng thời gian dài được tăng cường.

Chế phẩm “IPN” sgl-65A cũng thể hiện các tính tạo liên kết tốt hơn với thủy tinh so với chế phẩm thương mại như được chứng minh bằng độ khó khăn tương đối để loại bỏ chế phẩm “IPN” ra khỏi bề mặt của thủy tinh bằng cách cạo bằng lưỡi dao cạo.

Các ví dụ so sánh

Ví dụ so sánh 1

Các giá trị Tg đối với chế phẩm thử nghiệm với chất đóng rắn amin thơm so với chế phẩm thử nghiệm với ketimin

Fig.10 thể hiện việc so sánh các giá trị Tg ở các nhiệt độ đóng rắn khác nhau ở nhiệt độ 25°C (nhiệt độ môi trường), 60°C, 80°C hoặc 90°C trong thời gian 48 giờ trong nước biển nhân tạo hoặc ở nhiệt độ 175°C trong thời gian 2 giờ trong lò khô đối với chế phẩm thử nghiệm chứa chất đóng rắn thơm với chế phẩm thử nghiệm chứa ketimin hoạt hóa trong nước. Các mẫu được đánh giá như được thể hiện trong Bảng 10 dưới đây.

Bảng 10. Các mẫu được đánh giá đối với các giá trị Tg ở các nhiệt độ lưu hóa khác nhau

Số nhận biết mẫu	Hợp phần thử nghiệm	Nhiệt độ đóng rắn
sgl-32A	DER (331+662) + GPTS:E100 (10%)	RT hoặc 60°C
sgl-60	DER (331+662) + GPTS:E100 (10%)	80°C
sgl-64A	DER (331+662) + GPTS:E100 (10%)	90°C
sgl-54A	MY-721 + GPTS:Ketimin (10%)	RT hoặc 60°C
sgl-64B	MY-721 + GPTS:Ketimin (10%)	80°C
sgl-66	MY-721 + GPTS:Ketimin (10%)	90°C

RT là nhiệt độ trong phòng

Từ Fig.10 có thể thấy rằng ở nhiệt độ đóng rắn 60°C, chế phẩm thử nghiệm chứa chất đóng rắn amin thơm thể hiện giá trị Tg cao hơn (118°C) so với chế phẩm thử nghiệm chứa ketimin (73°C). Ở nhiệt độ đóng rắn 80°C, các giá trị Tg của cả hai chế phẩm là tương đương (129°C đối với chế phẩm thử nghiệm chứa chất đóng rắn amin thơm và 136,6°C đối với chế phẩm thử nghiệm chứa ketimin). Ở nhiệt độ đóng rắn 90°C, chế phẩm thử nghiệm chứa ketimin thể hiện giá trị Tg cao hơn (169,1°C) so với

chế phẩm thử nghiệm chứa chất đóng rắn amin thơm (132°C). Từ Fig.10 cũng có thể thấy rằng, ở nhiệt độ đóng rắn 90°C , sau thời gian đóng rắn là 48 giờ, chế phẩm thử nghiệm chứa chất đóng rắn amin thơm thể hiện giá trị T_g gần với giá trị T_g của vật liệu mà được đóng rắn hoàn toàn trong lò.

Ví dụ so sánh 2

Các giá trị T_g đối với chế phẩm thử nghiệm với các chất đóng rắn amin thơm so với các chế phẩm đối chứng với amin béo và chế phẩm thương mại

Chế phẩm đối chứng sử dụng amin béo PPGBAPE được điều chế như được thể hiện trong Bảng 11 dưới đây.

Bảng 11. Hợp phần của chế phẩm đối chứng với amin béo được đánh giá về các giá trị T_g ở nhiệt độ trong phòng hoặc ở nhiệt độ 90°C

Thành phần	Phần trọng lượng (%)
DGEBA (DER331)	64,9
PPGBAPE	35,1

Chế phẩm thử nghiệm được điều chế bằng cách sử dụng chế phẩm gốc “A” bằng cách sử dụng 10% trọng lượng GPTS (Bảng 12).

Bảng 12. Chế phẩm thử nghiệm với chất đóng rắn amin thơm được đánh giá về các giá trị T_g ở nhiệt độ trong phòng hoặc ở nhiệt độ 90°C

Số nhận biết mẫu	Hợp phần thử nghiệm	Nhiệt độ đóng rắn
sg1-101	DER (331+662) + GPTS:E100 (10%)	RT hoặc 90°C

Chế phẩm đối chứng được đóng rắn ở nhiệt độ trong phòng trong thời gian 24 giờ, 48 giờ hoặc 7 ngày và ở nhiệt độ 90°C trong thời gian 24 giờ hoặc 48 giờ. Chế phẩm thử nghiệm được đóng rắn ở nhiệt độ trong phòng trong thời gian 48 giờ hoặc 7 ngày và ở nhiệt độ 90°C trong thời gian 24 giờ hoặc 48 giờ. Chế phẩm thương mại (chứa amin béo làm chất đóng rắn) được đóng rắn ở nhiệt độ trong phòng trong thời gian 24 giờ, 48 giờ hoặc 7 ngày và ở nhiệt độ 90°C trong thời gian 48 giờ.

Các giá trị T_g của chế phẩm đối chứng và thương mại được trình bày trong Bảng 13 dưới đây và được so sánh với các giá trị T_g của chế phẩm thử nghiệm.

Bảng 13. So sánh các giá trị Tg giữa chế phẩm thử nghiệm, chế phẩm đối chứng và chế phẩm thương mại

Chế phẩm	Tg (°C)				
	Nhiệt độ trong phòng			90°C	
	24 giờ	48 giờ	7 ngày	24 giờ	48 giờ
DER331+PPGBAPE (đối chứng)	1) 52,2 2) 57,8	1) 37,4 2) 66,5	1) 37,8 2) 30,9 3) 37,2	1) 56,8 2) 58,8	1) 72,2 2) 75,0
sg1-101 (thử nghiệm)		71,2	1) 61,6 2) 63,3	1) 129,55 2) 125,94	1) 133,9 2) 130,6
Chế phẩm thương mại	73,8	92,3	89,5		92,9 102,7

Có thể nhận thấy từ Bảng 13 rằng ở nhiệt độ đóng rắn 90°C, chế phẩm thử nghiệm chứa amin thơm (E100) thể hiện các giá trị Tg cao hơn đáng kể so với chế phẩm đối chứng chứa amin béo (PPGBAPE) cũng như chế phẩm thương mại có bán trên thị trường. Cụ thể, ở nhiệt độ đóng rắn 90°C, các giá trị Tg của chế phẩm thử nghiệm là cao hơn 120°C (tức là, 129,55°C và 125,94°C) sau thời gian 24 giờ và tăng đến cao hơn 130°C (tức là, 133,9°C và 130,6°C) sau thời gian 48 giờ. Các giá trị Tg này cao hơn đáng kể so với các giá trị Tg của chế phẩm đối chứng chứa amin béo (tức là, 56,8°C và 58,8°C sau 24 giờ và 72,2°C và 75,0°C sau 48 giờ). Các giá trị Tg này cũng cao hơn đáng kể so với các giá trị Tg của chế phẩm thương mại chứa amin béo (tức là, 92,9°C và 102,7°C sau 48 giờ). Do đó, việc sử dụng chất đóng rắn amin thơm trong chế phẩm thử nghiệm tạo ra chế phẩm nhựa thể hiện nhiệt độ chuyển pha thủy tinh cao vượt quá 120°C khi được đóng rắn ở nhiệt độ 90°C, cao hơn đáng kể so với nhiệt độ chuyển pha thủy tinh của chế phẩm đối chứng và chế phẩm thương mại, cả hai chế phẩm này đều chứa chất đóng rắn amin béo.

Ví dụ so sánh 3

Thử nghiệm trượt tấm nổi đơn trên chế phẩm chứa amin thơm, ketimin, ATPDMS và chế phẩm thương mại

Các thử nghiệm trượt tấm nổi đơn được tiến hành theo ASTM D1002 như được trình bày trên đây trong phần (D) “phương pháp”. Các mẫu được đưa vào thử nghiệm trượt tấm nổi đơn được thể hiện trong Bảng 14.

Bảng 14. Các mẫu thử nghiệm trượt tấm nổi đơn

Số nhận biết mẫu	Chế phẩm
sg1-64A	Chế phẩm nhựa epoxy chứa chất đóng rắn amin thơm: DER (331+662) + GPTS:E100 (10%)
sg1-66	Chế phẩm nhựa epoxy chứa ketimin: MY-721 + TGK (10%) + GPTS
sg1-67B	Chế phẩm “IPN”: DER (331+662) + GPTS + E100 + ATPDMS (10%)
Đối chứng	Chế phẩm thương mại

Sau khi đóng rắn ở nhiệt độ 80°C trong nước biển nhân tạo trong thời gian 48 giờ, các mẫu được bảo quản trong nước biển nhân tạo ở nhiệt độ môi trường cho đến khi thực hiện các thử nghiệm cơ học.

Fig.11 thể hiện ứng suất và độ kéo dài phá hủy trung bình ở tải trọng lớn nhất đối với bốn vật liệu được thử nghiệm. Fig.12 thể hiện chế độ hư hỏng dưới dạng bám dính, dính kết hoặc cả hai. Các kết quả này cho thấy rằng epoxy/amin thơm được cải biến siloxan (GPTS) (mẫu sg1-64A) được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C trong nước biển nhân tạo đã thể hiện liên kết tốt với nền thép cũng như độ kéo dài cao nhất trong khi thử nghiệm. Tuy nhiên, bằng cách kết hợp ATPDMS vào trong nhựa epoxy/amin thơm để tạo thành IPN (mẫu sg1-67B), hiệu suất bám dính giảm từ 9,75 MPa xuống 6,73 MPa (Fig.11). Điều này có thể là do việc kết hợp polysiloxan vào trong hệ tạo ra bề mặt năng lượng thấp. Cả hai mẫu sg1-64A và sg1-67B đều thể hiện sự hư hỏng bám dính, cho thấy độ bền tự liên kết cao hơn trong vật liệu composit thực tế. Tuy nhiên, trong trường hợp chế phẩm chứa ketimin (sg1-66), mẫu này thể hiện độ bền bám dính thấp hơn xấp xỉ 30% so với mẫu sg1-64A chứa amin thơm. Điều này được cho là do phản ứng thủy phân không hoàn toàn của ketimin (để tạo thành amin vòng béo), mà có thể dẫn tới sự đóng rắn không hoàn toàn của nhựa.

Hầu hết các mẫu thử nghiệm đều bị hư hỏng khi kết hợp các chế độ bám dính và dính kết. Tuy nhiên, cả ba chế phẩm thử nghiệm sg1-64A, sg1-66 và sg1-67B đều thể hiện độ bền bám dính cao hơn so với chế phẩm nhựa thương mại được đóng rắn trong cùng điều kiện.

Ví dụ so sánh 4

Thử nghiệm trượt tấm nổi đơn đối với chế phẩm chứa amin vòng béo, amin béo và amin thơm và chế phẩm thương mại

Các thử nghiệm trượt tấm nổi đơn được tiến hành theo ASTM D1002 như được trình bày trên đây trong phần (D) “phương pháp” đối với chế phẩm đối chứng chứa amin béo, chế phẩm đối chứng chứa amin vòng béo, chế phẩm thử nghiệm chứa amin thơm và chế phẩm thương mại.

Chế phẩm đối chứng chứa 64,9% trọng lượng DGEBA và 35,1% trọng lượng PPGBAPE (tức là, “béo”).

Chế phẩm đối chứng chứa amin xycloaliphatic chứa 86,0% trọng lượng DGEBA và 14,0% trọng lượng CHBMA (tức là, “xycloaliphatic”).

Hợp phần của chế phẩm thử nghiệm chứa amin thơm (tức là, “thơm”) như được trình bày trong Bảng 4 trên đây.

Sau khi đóng rắn ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 48 giờ hoặc 90°C trong thời gian 24 giờ trong nước biển nhân tạo, các mẫu được bảo quản trong nước biển nhân tạo ở nhiệt độ môi trường cho đến khi thực hiện các thử nghiệm cơ học. Các kết quả được trình bày trong Bảng 15 dưới đây.

Bảng 15. Các kết quả thử nghiệm trượt tấm nổi đơn đối với chế phẩm chứa amin thơm và chế phẩm thương mại được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 48 giờ

Chế phẩm thử nghiệm	Thời gian (giờ)	Nhiệt độ đóng rắn (°C)	Tải trọng trung bình đối với giá trị hư hỏng (N/mm ²)
DER331+DER662+GPTS+E100* (Thơm)	48	80	9,75
DER331+DER662+GPTS+E100 (Thơm)	48	80	12,30
Thương mại*	48	80	6,21
Thương mại	48	80	7,34

* Chế phẩm thương mại/thử nghiệm được áp dụng cho mẫu thấm trước

Bảng 16. Các kết quả thử nghiệm trượt tấm nổi đơn đối với chế phẩm chứa amin xycloaliphatic, amin béo và amin thơm được đóng rắn ở nhiệt độ 90°C trong thời gian 24 giờ

Chế phẩm thử nghiệm	Thời gian (giờ)	Nhiệt độ đóng rắn (°C)	Tải trọng trung bình đối với giá trị hư hỏng (N/mm ²)
DGEBA+CHBMA (xycloaliphatic)	24 giờ	90	0,64
DGEBA+PPGBAPE (béo)	24 giờ	90	0,75
DER331+DER662+GPTS+E100 (thơm)	24 giờ	90	3,67

Như có thể thấy từ Bảng 15, chế phẩm thử nghiệm chứa chất đóng rắn amin thơm (E100) thể hiện độ bền bám dính cao hơn so với chế phẩm thương mại được thử nghiệm (chứa chất đóng rắn amin béo) khi được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 48 giờ. Chế phẩm chứa chất đóng rắn amin thơm (E100) tạo ra tải trọng trung bình đối với giá trị hư hỏng là 9,75N/mm² khi được sử dụng cho mẫu thấm trước và 12,30N/mm² khi được thử nghiệm dưới dạng nhựa tinh khiết. Ngược lại, chế phẩm thương mại chỉ tạo ra tải trọng trung bình đối với giá trị hư hỏng là 6,21N/mm² khi được tác dụng lên mẫu thấm trước và 7,34N/mm² khi được thử nghiệm dưới dạng nhựa tinh khiết.

Như có thể thấy từ các kết quả trong Bảng 16, chế phẩm thử nghiệm chứa chất đóng rắn amin thơm (E100) cũng đã chứng minh độ bền bám dính cao hơn đáng kể so với chế phẩm đối chứng chứa chất đóng rắn amin xycloaliphatic (CHBMA) và chế phẩm đối chứng chứa chất đóng rắn amin béo (PPGBAPE) khi được đóng rắn ở nhiệt độ 90°C trong thời gian 24 giờ. Chế phẩm thử nghiệm chứa chất đóng rắn amin thơm (E100) tạo ra tải trọng trung bình đối với giá trị hư hỏng là 3,67N/mm². Khi so sánh, chế phẩm đối chứng chứa chất đóng rắn amin xycloaliphatic (CHBMA) chỉ tạo ra tải trọng trung bình đối với giá trị hư hỏng là 0,64N/mm², trong khi chế phẩm đối chứng chứa chất đóng rắn amin béo (PPGBAPE) chỉ tạo ra tải trọng trung bình đối với giá trị hư hỏng là 0,75N/mm². Hai chế phẩm này cũng thể hiện độ liên kết kém. Đối với chế phẩm thử nghiệm chứa chất đóng rắn amin xycloaliphatic (CHBMA), một trong số năm mẫu được thử nghiệm riêng rẽ khi được lấy ra khỏi két nước chứa nước biển và

hai mẫu khác bị hư hỏng dưới tải trọng. Tương tự, đối với chế phẩm đối chứng chứa chất đóng rắn amin béo (PPGPABE), hai trong số năm mẫu được thử nghiệm bị hư hỏng trước khi nạp và mẫu khác bị hư hỏng dưới tải trọng.

Do đó, việc sử dụng amin thơm làm chất đóng rắn tạo ra các chế phẩm nhựa epoxy với độ bền bám dính và các tính chất liên kết tốt hơn ngoài các giá trị Tg cao hơn khi được sử dụng trong môi trường dưới nước so với việc sử dụng amin xycloaliphatic hoặc amin béo.

Ví dụ so sánh 5

Dữ liệu thời gian bảo quản đối với chế phẩm chứa amin xycloaliphatic, amin béo hoặc amin thơm

Fig.13 thể hiện độ nhớt của chế phẩm chứa amin béo, amin xycloaliphatic hoặc amin thơm, trong khoảng thời gian 8 giờ. Như có thể quan sát thấy trên Fig.13, mặc dù chế phẩm này chứa amin thơm có độ nhớt ban đầu cao nhất, nhưng độ nhớt không tăng đáng kể trong 5 giờ đầu tiên ở nhiệt độ trong phòng (23°C), cho thấy cửa sổ ứng dụng đầy đủ của chế phẩm trên nền và do đó, thời gian bảo quản có thể được chấp nhận. Chế phẩm chứa amin xycloaliphatic có độ nhớt ban đầu thấp hơn, nhưng độ nhớt này tăng nhanh trong 60 đến 90 phút sử dụng đầu tiên, cho thấy thời gian bảo quản không chấp nhận được cho ứng dụng này. Chế phẩm chứa chất đóng rắn béo thể hiện độ nhớt rất thấp và độ nhớt ít thay đổi trong quy trình thử nghiệm, như có thể được mong đợi từ việc chất đóng rắn amin béo không thể tạo thành cấu trúc được liên kết ngang chặt chẽ, được phản ánh bởi giá trị Tg thấp của nó, ngay cả sau khi đóng rắn ở nhiệt độ 90°C trong thời gian 24 giờ.

Từ số liệu trên đây, có thể nhận thấy rõ ràng rằng các chế phẩm nhựa bao gồm chất đóng rắn amin thơm là tốt hơn ở chỗ các chế phẩm này đã được chứng minh có thời gian bảo quản được cải thiện (xem Fig.13 và ví dụ so sánh 5), các giá trị Tg cao hơn 120°C ở nhiệt độ đóng rắn bằng khoảng 80°C hoặc 90°C (và do đó độ bền polyme cao hơn) (xem Fig.5, Fig.10 và ví dụ so sánh 2) và các tính chất bám dính và liên kết cao hơn (như được quan sát thấy trong các thử nghiệm trượt tấm nổi đơn trong các ví dụ so sánh 3 và 4 và Fig.11, trong đó các chế phẩm này đã thể hiện tải trọng trung bình cao đối với giá trị hư hỏng là 3,67N/mm² khi được đóng rắn ở nhiệt độ 90°C và 9,75 và 12,30N/mm² khi được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C) so với các chế phẩm nhựa bao

gồm amin xycloaliphatic hoặc chất đóng rắn amin béo hoặc chế phẩm thương mại (chứa chất đóng rắn amin béo). Việc chỉ sử dụng amin xycloaliphatic để tạo ra chế phẩm nhựa mà có thời gian bảo quản ngắn hơn trong thời gian ít hơn khoảng 1,5 giờ (xem Fig.13 và ví dụ so sánh 5) và các tính chất bám dính/liên kết thấp hơn (xem Bảng 16 trong đó tải trung bình đối với giá trị hư hỏng là $0,64\text{N/mm}^2$ khi được đóng rắn ở nhiệt độ 90°C) so với việc chỉ sử dụng amin thơm, mặc dù các giá trị T_g là tương đương. Tuy nhiên, khi amin thơm được bổ sung vào chế phẩm nhựa chứa amin xycloaliphatic, các tính chất bám dính/liên kết được cải thiện. Chế phẩm nhựa chỉ bao gồm chất đóng rắn amin xycloaliphatic cũng tốt hơn so với chế phẩm nhựa bao gồm chất đóng rắn amin béo như các giá trị T_g đã được chứng minh là cao hơn (và do đó có độ bền polyme cao hơn). Như có thể nhận thấy từ số liệu trên đây, việc sử dụng chất đóng rắn amin béo tạo nên các tính chất bám dính/liên kết kém (xem Bảng 16, trong đó tải trọng trung bình đối với giá trị hư hỏng là $0,75\text{N/mm}^2$ khi được đóng rắn ở nhiệt độ 90°C) và các giá trị T_g rất thấp bằng khoảng 56°C khi được đóng rắn ở nhiệt độ 90°C trong thời gian 24 giờ (xem Bảng 13).

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Các chế phẩm nhựa như được mô tả ở đây rất thích hợp để sử dụng cho các công trình dưới nước, như các đường ống dẫn dầu và khí dưới nước, do các cấu trúc này thường được tiếp xúc với môi trường có nhiệt độ cao (cao hơn 100°C) và áp suất cao.

Tốt hơn nếu, các chế phẩm nhựa được mô tả ở đây có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh cao bất ngờ vượt quá 120°C khi chỉ được đóng rắn ở nhiệt độ 80°C hoặc 90°C . Do đó, bằng việc sử dụng các chế phẩm nhựa được mô tả ở đây, có thể đạt được độ bền polyme cao bằng cách sử dụng nhiệt độ lưu hóa thấp hơn. Độ bền polyme cao như vậy là cần thiết để sửa chữa và bảo dưỡng các công trình, như các công trình dưới nước, mà tiếp xúc với các môi trường có nhiệt độ cao (cao hơn 100°C) và áp suất cao.

Các chế phẩm nhựa được mô tả ở đây cũng có thời gian bảo quản được cải thiện và tính độc thấp, tính chịu nước cao và độ bám dính với nền được tăng cường, tạo ra độ bền trong thời gian dài.

Do đó, các chế phẩm nhựa bao gồm các chất đóng rắn amin thơm như được mô tả ở đây có các tính chất có lợi kết hợp của các giá trị T_g cao hơn (và do đó độ bền

polyme cao hơn), thời gian bảo quản được cải thiện và tính chất bám dính và liên kết tốt hơn khi được sử dụng trong môi trường dưới nước. Chất đóng rắn trong các chế phẩm nhựa đã được bộc lộ cũng có xu hướng giảm sự rửa trôi trong quy trình đóng rắn.

Ngoài ra, các chế phẩm nhựa cũng có thể chứa chất loại bỏ hơi ẩm dạng hạt nano hấp thụ hơi ẩm xung quanh chế phẩm nhựa khi chế phẩm nhựa này được áp dụng cho nền, do đó tạo thành lớp bảo vệ mà tăng cường quy trình đóng rắn của nhựa epoxy.

Các chế phẩm nhựa được mô tả ở đây có thể được sử dụng để ngâm tẩm vật liệu dạng sợi để tạo thành compozit gia cường sợi. Các chế phẩm nhựa được mô tả ở đây thuận tiện hơn, hiệu quả về giá thành và phương pháp ứng dụng các chế phẩm nhựa cho công trình dưới nước an toàn hơn so với phương pháp kẹp cơ học thông thường.

Sợi gấp lại được có dấu hiệu phân biệt như các dải huỳnh quang được bố trí song song với trục dọc và ở gờ và giữa bề ngang của vật liệu dạng sợi kéo dài của nó như được mô tả ở đây cũng rất thích hợp để sử dụng cho các công trình dưới nước, đặc biệt là các đường ống dẫn dầu và khí dưới nước, do các cấu trúc này là thường được đặt trong môi trường có tầm nhìn và ánh sáng yếu. Các dải huỳnh quang tạo ra sự dẫn hướng cho công nhân khi gói và sắp hàng sợi gấp lại được trong đường xoắn ốc hoặc đường lò xo dọc theo chiều dài của công trình dưới nước, do đó đạt được từ 0 đến 50% độ chùng bề ngang mà vẫn đảm bảo độ ổn định kích thước của sợi gấp lại. Sợi gấp lại được có các dải huỳnh quang còn có thể được tẩm các chế phẩm nhựa như được mô tả ở đây.

Cần phải hiểu rằng các cải biến và mô phỏng khác của sáng chế sẽ rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật liên quan sau khi đọc phần mô tả trên đây mà không tách rời khỏi phạm vi của sáng chế và tất cả các cải biến và mô phỏng này sẽ nằm trong phạm vi của các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước bao gồm:

(a) nhựa epoxy;

(b) chất đóng rắn amin thơm, trong đó tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn này và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy nêu trên nằm trong khoảng từ 7:10 đến 9:10 và trong đó chất đóng rắn amin thơm nêu trên là amin thơm đơn vòng; và

(c) chất kết hợp bao gồm nhóm siloxan được nối với nhóm epoxy có hoạt tính; và

(d) chất kỵ nước có khả năng đẩy nước, trong đó chất kỵ nước bao gồm các nhóm polysiloxan mạch dài có nhiều hơn 50 đơn vị lặp lại -Si-O-, điển hình là lên đến 1000 đơn vị lặp lại -Si-O-.

2. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm 1, trong đó tỷ lệ mol giữa các nhóm chức amin trong chất đóng rắn nêu trên và các nhóm chức epoxy của nhựa epoxy nêu trên là 17:20.

3. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất đóng rắn amin thơm nêu trên bao gồm chất đóng rắn amin đa chức, trong đó chất đóng rắn amin đa chức bao gồm chất đóng rắn diamin và trong đó chất đóng rắn diamin thơm có năm và sáu nguyên tử cacbon trên vòng thơm.

4. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất đóng rắn amin thơm nêu trên bao gồm nhóm amin bậc một hoặc bậc hai.

5. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất đóng rắn nêu trên còn bao gồm amin vòng béo, trong đó chất đóng rắn amin vòng béo nêu trên bao gồm nhóm amin bậc một hoặc bậc hai và trong đó chất đóng rắn amin vòng béo bao gồm chất đóng rắn diamin có các khung cacbon là các vòng có năm và sáu cạnh.

6. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nhóm siloxan nêu trên là nhóm siloxan có thể thủy phân.

7. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó siloxan và nhóm epoxy có hoạt tính nêu trên được nối bằng nhóm liên kết.
8. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất kết hợp nêu trên có từ 1 đến 5 nhóm siloxan hoặc một nhóm siloxan.
9. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm 7 hoặc 8, trong đó nhóm liên kết nêu trên có 15 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn trong mỗi phân tử hoặc có 10 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn trong mỗi phân tử.
10. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nhóm epoxy có hoạt tính bao gồm nhóm chức được chọn từ nhóm bao gồm oxiran, amin, carboxyl, anhydrit, metacrylat và hydroxyl.
11. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 10, trong đó nhóm liên kết nêu trên bao gồm ít nhất một trong số nhóm béo và nhóm chức alkoxy.
12. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nhựa epoxy nêu trên là thành phần chính có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 50% đến 90% trọng lượng của toàn bộ nhựa.
13. Chế phẩm nhựa đóng rắn được trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 12, trong đó chất đóng rắn amin vòng béo nêu trên có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 25% trọng lượng của toàn bộ nhựa.

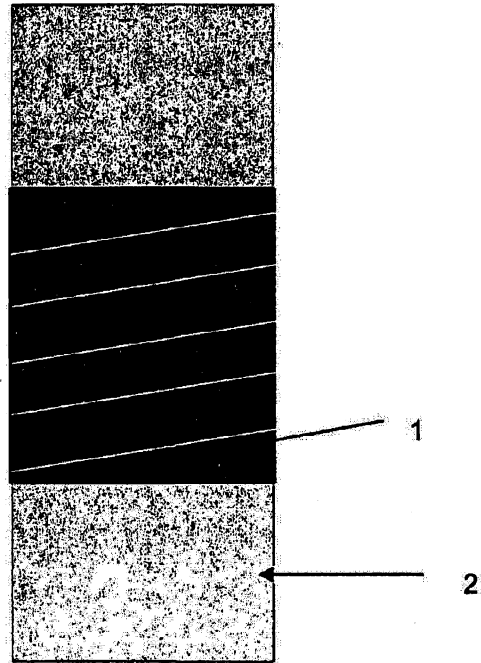
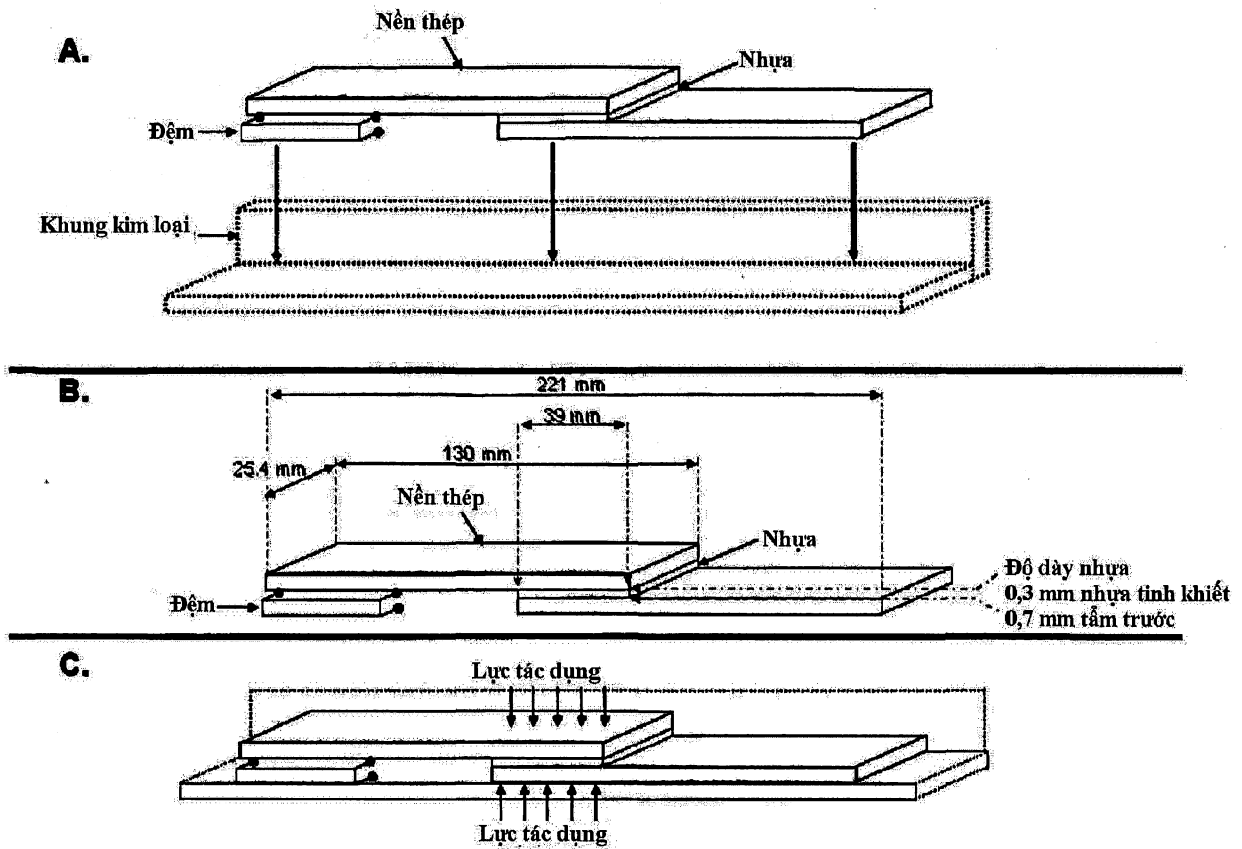
Fig. 1

Fig. 2



Thiết lập thử nghiệm trượt tấm đơn: (a) Trước khi lắp ráp, các đường nét đứt thể hiện khung giữ kim loại; (b) Kích thước nền/nhựa (khung kim loại không được thể hiện để làm rõ ràng); (c) Nền và nhựa trong khung kim loại; đóng rắn trong nước biển.

Fig. 3

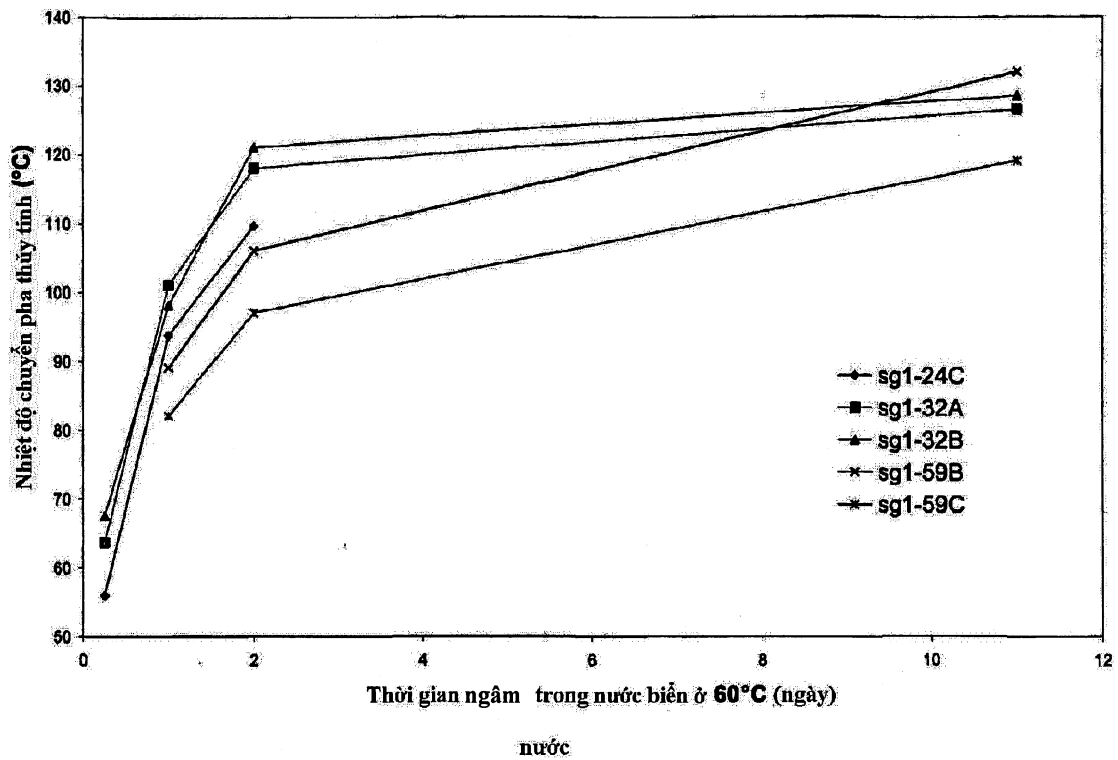


Fig. 4

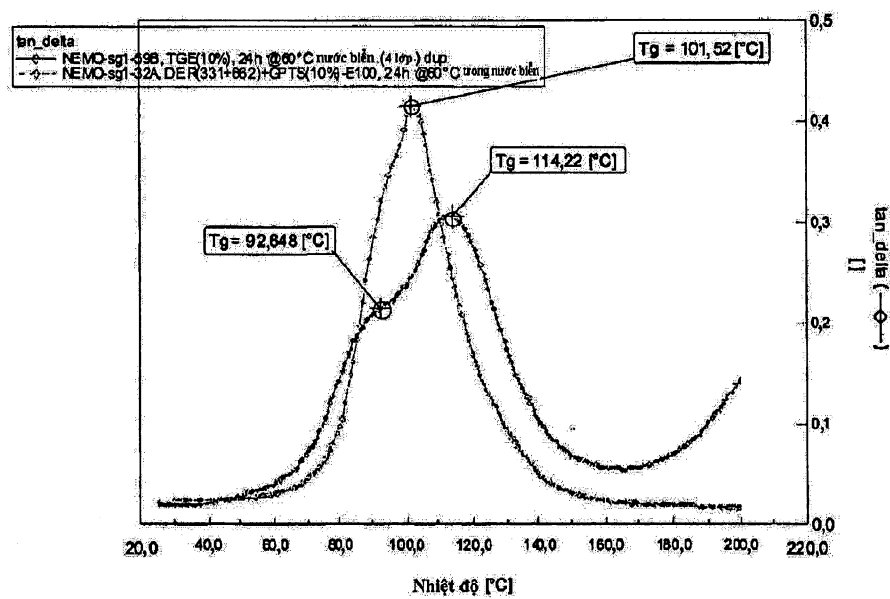


Fig. 5

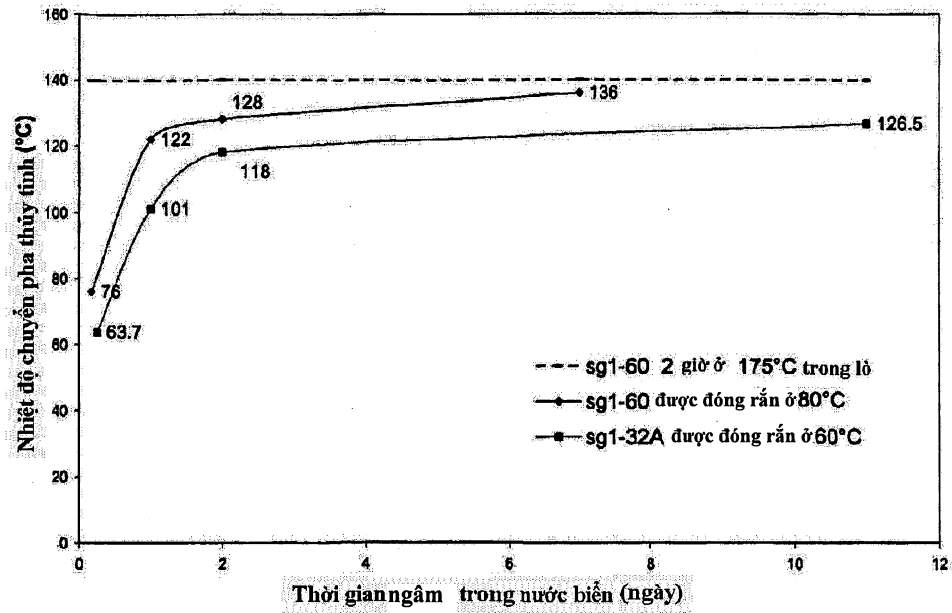


Fig. 6

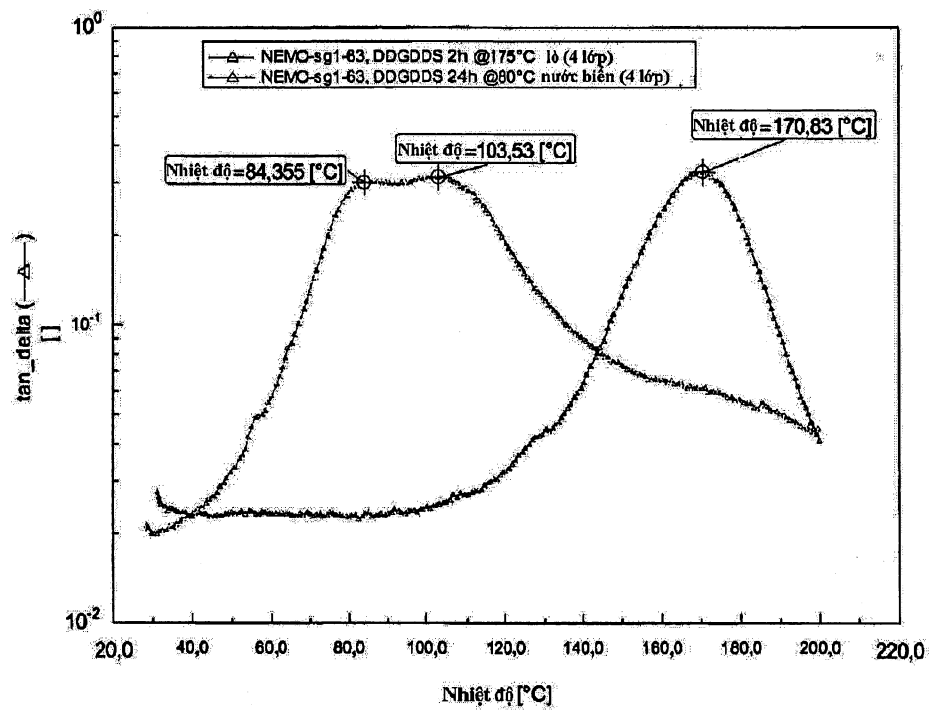


Fig. 7

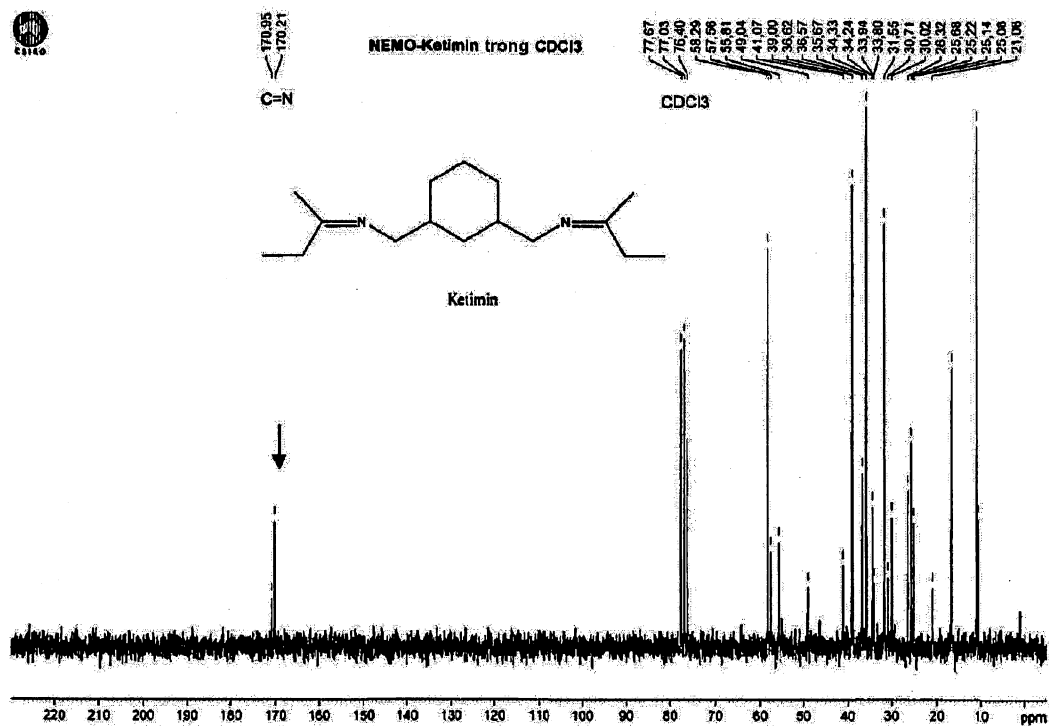


Fig. 8

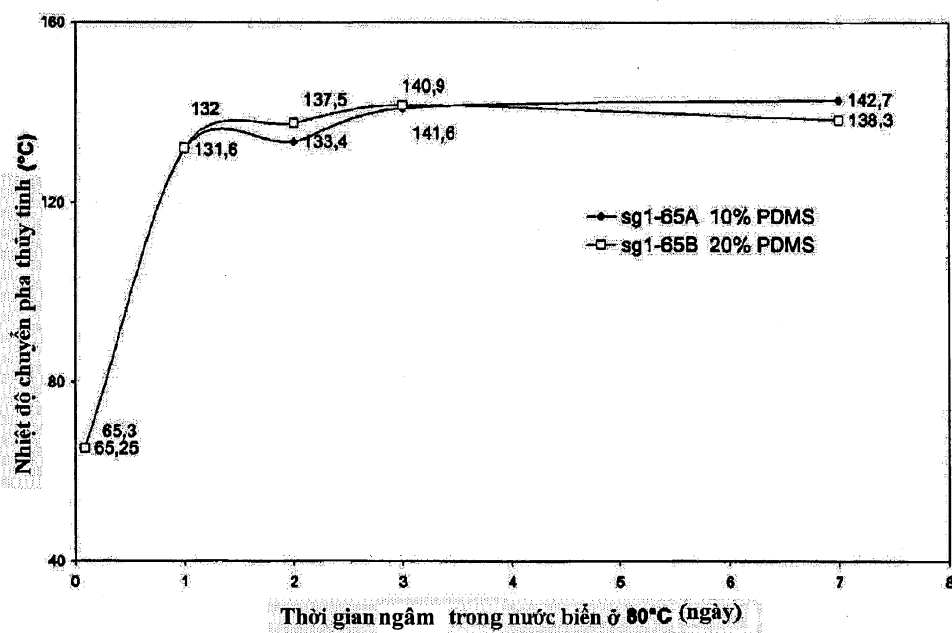


Fig. 9



Fig. 10

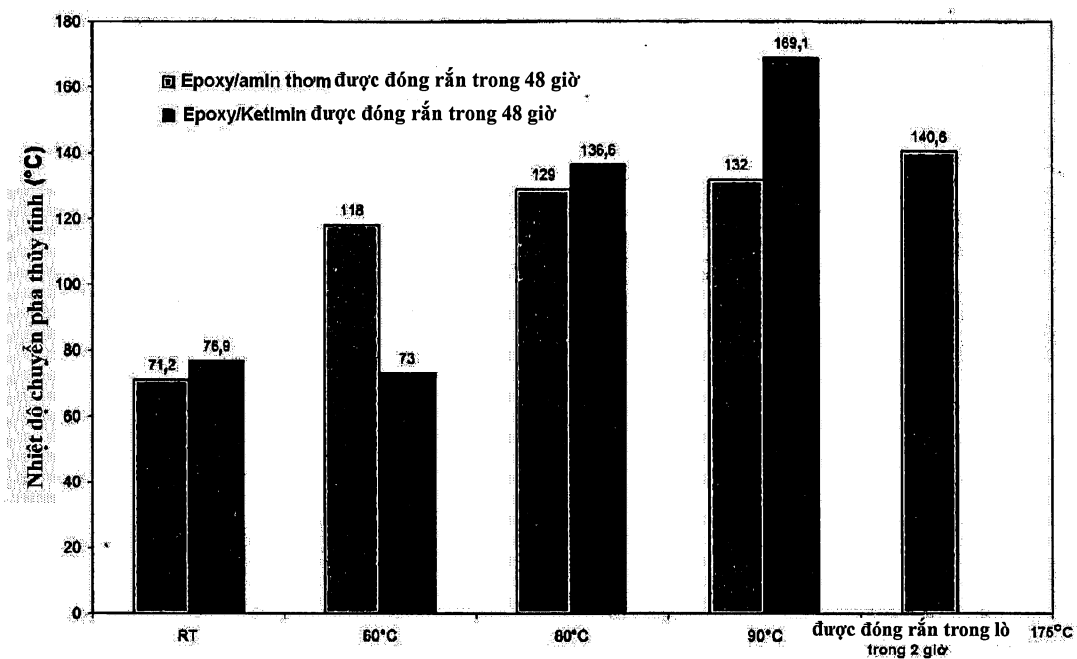


Fig. 11

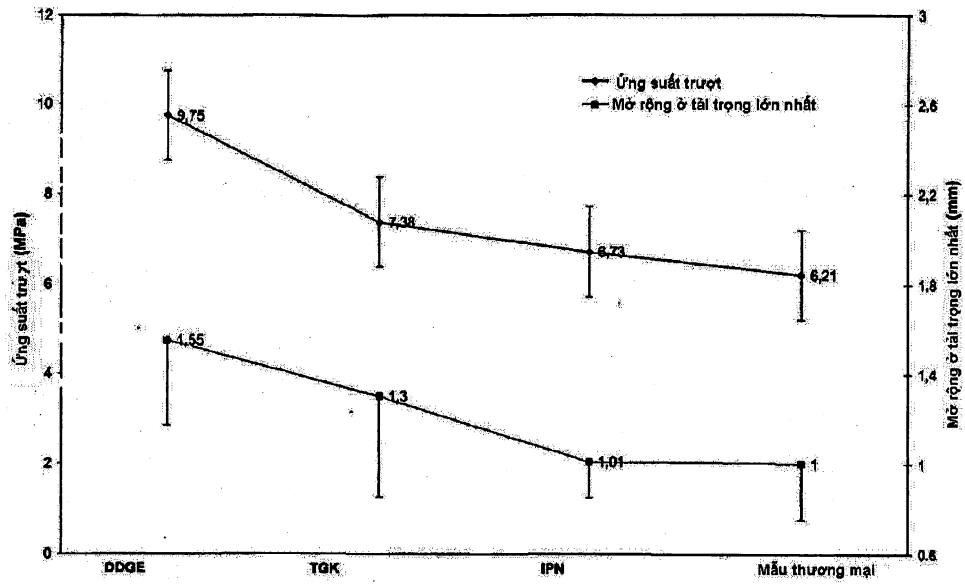


Fig. 12

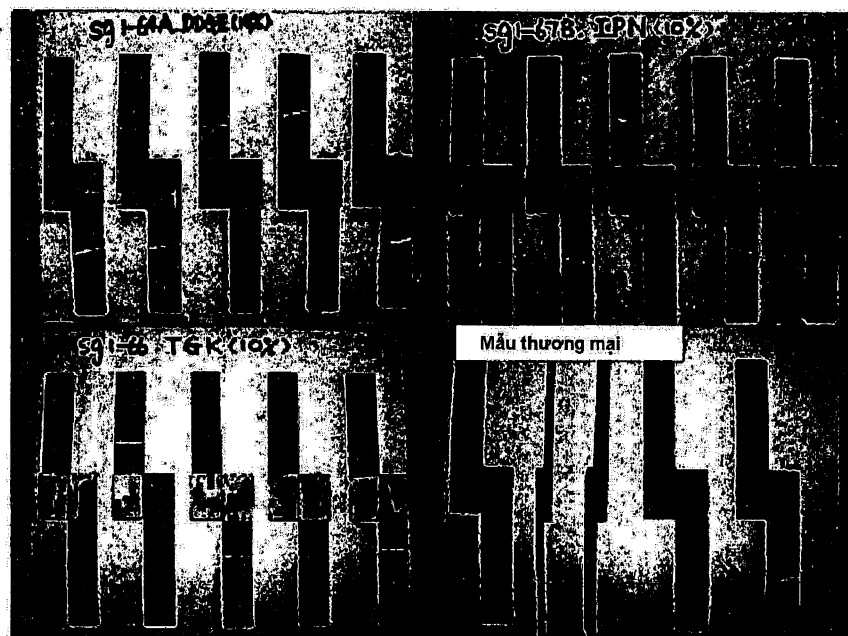


Fig. 13

