



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

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

(11) 
1-0021264

(51)⁷ **C09D 5/44**

(13) **B**

-
- | | | | | | |
|------|--|------------|------------|---------------|------------|
| (21) | 1-2010-00278 | (22) | 07.08.2008 | | |
| (86) | PCT/US2008/072425 | 07.08.2008 | (87) | WO2009/021095 | 12.02.2009 |
| (30) | 11/835,600 | 08.08.2007 | US | | |
| (45) | 25.07.2019 | 376 | (43) | 25.11.2010 | 272 |
| (73) | PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (US)
3800 West 143rd Street, Cleveland, Ohio 44111, United States of America | | | | |
| (72) | ZAWACKY, Steven R. (US), LUCAS, Joseph (US), WEBSTER, Geoffrey R. (US),
BOYD, Donald W. (US), MORIARITY, Thomas C. (US), ESWARAKRISHNAN,
Venkatachalam (US), KAYLO, Alan J. (US), SZYMANSKI, Chester J. (US) | | | | |
| (74) | Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP) | | | | |
-

(54) **CHẾ PHẨM MẠ ĐIỆN CHỨA GUANIDIN VÒNG VÀ NỀN ĐƯỢC MẠ BẰNG CHẾ PHẨM NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm mạ điện chứa guanidin vòng và nền được mạ bằng chế phẩm mạ điện này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm mạ điện bao gồm guanidin vòng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các oxit dialkyl thiếc thường được sử dụng làm các chất xúc tác hóa rắn cho các lớp mạ điện. Tuy nhiên, các oxit dialkyl thiếc phải chịu một số hạn chế mang tính quy định bởi các nước khác nhau liên quan đến vấn đề môi trường. Do đó, bismut được sử dụng với tần suất tăng lên làm chất xúc tác hóa rắn cho các lớp mạ điện thay cho oxit dialkyl thiếc. Tuy nhiên, do có một số nhược điểm liên quan với việc sử dụng bismut làm chất xúc tác hóa rắn. Ví dụ, bismut thường là chất xúc tác ít hữu hiệu đối với các chế phẩm mạ điện khác nhau khi được so sánh với oxit dialkyl thiếc. Hơn nữa, có thể là các vấn đề về chi phí và tính khả dụng liên quan với việc sử dụng bismut làm chất xúc tác hóa rắn trong tương lai. Do đó, cần có chất xúc tác thay thế để sử dụng trong việc mạ điện. Hơn nữa, cũng có thể là cần đối với lớp mạ điện là hầu như không chứa thiếc.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến chế phẩm mạ điện bao gồm guanidin vòng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Như được sử dụng ở đây, trừ khi có quy định cụ thể, tất cả các số như các số thể hiện các giá trị, các phạm vi, các số lượng hoặc các số phần trăm có thể được đọc như được viết nếu như trước đó có từ “khoảng”, ngay cả khi thuật ngữ này không được thể hiện một cách rõ ràng. Hơn nữa, cần lưu ý rằng các thuật ngữ số nhiều và/hoặc các cụm từ bao quát các tương đương số ít của chúng hoặc ngược lại. Ví dụ, “một” guanidin vòng, “một” polyme, một tác nhân tạo liên kết ngang và thành phần khác bất kỳ chỉ một hoặc một số thành phần này.

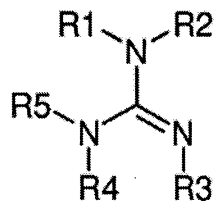
Khi đề cập đến một phạm vi dạng số bất kỳ của các giá trị, các phạm vi này phải được hiểu là bao gồm từng số và tất cả các số và/hoặc một phần giữa phạm vi tối thiểu và tối đa được nêu.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "polyol" hoặc các biến đổi của nó chỉ một cách rộng rãi chất liệu có trung bình là hai hoặc nhiều nhóm hydroxyl đối với một phân tử.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "polyme" là chỉ một cách rộng rãi các chất tiền trùng hợp, các oligome và cả các polyme đồng nhất và các copolyme. Cần lưu ý rằng, tiếp đầu ngữ "poly" là chỉ hai hoặc nhiều.

Như được nêu trên, sáng chế đề cập đến chế phẩm mạ điện bao gồm guanidin vòng. Cần phải hiểu rằng, "guanidin" là chỉ chế phẩm, gốc, và/hoặc phần còn lại có công thức cấu tạo tổng quát như sau: (I)

(I)

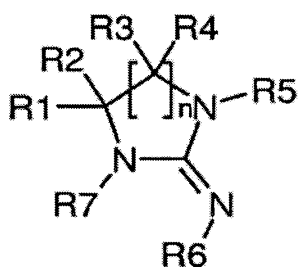


trong đó mỗi R1, R2, R3, R4, R5 (tức là, các chất thay thế của công thức cấu tạo (I)) có thể bao gồm hydro, alkyl vòng, aryl, vòng thơm, cơ kim, cấu trúc polyme hoặc cùng nhau có thể tạo alkyl vòng, aryl hoặc cấu trúc thơm và trong đó R1, R2, R3, R4 và R5 có thể là giống nhau hoặc khác nhau. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "alkyl vòng" là chỉ cả alkyl và alkyl vòng. Khi một nhóm bất kỳ trong số các nhóm R "cùng nhau có thể tạo (cyclic)alkyl, aryl và/hoặc nhóm vòng thơm" có nghĩa là hai nhóm R tiếp giáp bất kỳ được liên kết để tạo thành gốc vòng như các vòng theo các công thức cấu tạo (II) - (V) dưới đây:

Như sẽ được đánh giá theo một số phương án, liên kết đôi giữa nguyên tử cacbon và nguyên tử nitơ được thể hiện trong công thức cấu tạo (I) có thể được tạo ra giữa nguyên tử cacbon và nguyên tử nitơ khác của công thức cấu tạo (I). Do đó,

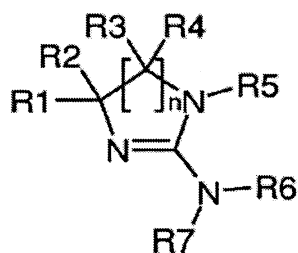
các thay thế khác của công thức cấu tạo (I) có thể được liên kết với các nguyên tử nitơ khác nhau phụ thuộc vào vị trí mà liên kết đôi được bố trí trong phạm vi công thức cấu tạo.

Theo các phương án cụ thể, guanidin vòng bao gồm guanidin của công thức cấu tạo (I) trong đó hai hoặc nhiều nhóm R của công thức cấu tạo (I) cùng nhau tạo thành một hoặc một số vòng. Nói cách khác, theo một số phương án, guanidin vòng bao gồm ≥ 1 vòng. Ví dụ, guanidin vòng có thể hoặc là một guanidin vòng (1 vòng) như được thể hiện trong các công thức cấu tạo (II) và/hoặc (III) dưới đây hoặc guanidin vòng có thể là nhiều vòng (≥ 2 vòng) như được thể hiện trong các công thức cấu tạo (IV) và (V) dưới đây.

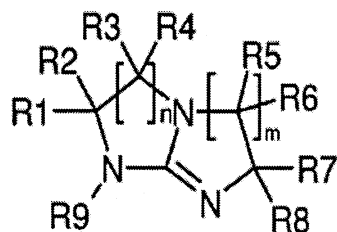


(II)

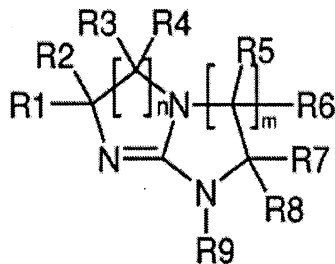
(III)



(IV)



(V)



Từng thành phần thay thế của các công thức cấu tạo (II) và/hoặc (III), R1-R7 có thể bao gồm hydro, alkyl vòng, aryl, vòng thơm, kim loại hữu cơ, cấu trúc polyme hoặc cùng nhau có thể tạo alkyl vòng, aryl hoặc cấu trúc thơm và trong đó R1-R7 có thể là giống nhau hoặc khác nhau. Tương tự như vậy, từng thành phần thay thế của các công thức cấu tạo (IV) và (V), R1-R9, có thể là hydro, alkyl, aryl, vòng thơm, kim loại hữu cơ, cấu trúc polyme hoặc cùng nhau có thể tạo alkyl vòng, aryl hoặc cấu trúc vòng thơm và trong đó R1-R9 có thể là giống nhau hoặc khác nhau. Hơn nữa, theo một số phương án, các công thức cấu tạo (II) và/hoặc (III), các kết hợp cụ thể của R1-R7 có thể là một phần của cấu trúc vòng giống nhau. Ví dụ, R1 và R7 của công thức cấu tạo (II) có thể tạo một phần của cấu trúc một vòng. Hơn nữa, theo một số phương án, cần phải hiểu rằng, sự kết hợp bất kỳ của các thành phần thay thế (R1-R7 của các công thức cấu tạo (II) và/hoặc (III) cũng như R1-R9 của các công thức cấu tạo (IV) và/hoặc (V)) có thể được lựa chọn với điều kiện các thành phần thay thế hầu như không làm ảnh hưởng đến hoạt tính xúc tác của guanidin vòng.

Theo các phương án cụ thể, từng vòng trong guanidin vòng bao gồm ≥ 5 thành phần. Ví dụ, guanidin vòng có thể là vòng 5 thành phần, vòng 6 thành phần hoặc vòng 7 thành phần. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “thành phần” là chỉ nguyên tử nằm trong cấu trúc vòng. Do đó, vòng 5 thành phần sẽ có 5 nguyên tử trong cấu trúc vòng (“n” và/hoặc “m” = 1 trong các công thức cấu tạo (II) - (V)), vòng 6 thành phần sẽ có 6 nguyên tử trong cấu trúc vòng (“n” và/hoặc “m” = 2 trong các công thức cấu tạo (II) - (V)) và vòng 7 thành phần sẽ có 7 nguyên tử trong cấu trúc vòng (“n” và/hoặc “m” = 3 trong các công thức cấu tạo (II) - (V)) sẽ được đánh giá nếu guanidin vòng bao gồm ≥ 2 vòng (ví dụ, các công thức cấu tạo (IV) và (V)),

số lượng các thành phần trong từng vòng của guanidin vòng có thể hoặc là giống nhau hoặc là khác nhau. Ví dụ, một vòng nào đó có thể có năm thành phần vòng, trong khi một vòng khác có thể có sáu thành phần vòng. Nếu guanidin vòng bao gồm ≥ 3 vòng, khi đó bổ sung vào các kết hợp được nêu trong câu trước, số lượng các thành phần trong vòng thứ nhất của guanidin vòng có thể là khác với số lượng các thành phần trong vòng khác bất kỳ của guanidin vòng.

Cũng cần phải hiểu rằng, theo các phương án cụ thể của guanidin vòng, các nguyên tử nitơ của các công thức cấu tạo (II) - (V) có thể còn có các nguyên tử bổ sung được liên kết vào. Hơn nữa, theo một số phương án, guanidin vòng có thể hoặc được thể hoặc không được thể. Ví dụ, như được sử dụng ở đây kết hợp với guanidin vòng, "được thể", Theo các phương án cụ thể, là chỉ guanidin vòng trong đó R5, R6, và/hoặc R7 của các công thức cấu tạo (II) và/hoặc (III) và/hoặc R9 của các công thức cấu tạo (IV) và/hoặc (V) là không phải hydro. Như được sử dụng ở đây kết hợp với guanidin vòng, "không được thể", theo các phương án cụ thể, là chỉ guanidin vòng trong đó R1-R7 của các công thức cấu tạo (II) và/hoặc (III) và/hoặc R1-R9 của các công thức cấu tạo (IV) và/hoặc (V) là hydro. Theo một số phương án, guanidin vòng được thể là 1, 5, 7-triazabicyclo[4.4.0]dec-5-ene.

Đã phát hiện một cách đáng ngạc nhiên rằng guanidin vòng chính là chất xúc tác (ví dụ, chất xúc tác hóa rắn) đối với chế phẩm mạ điện. Do đó, việc đưa guanidin vòng vào chế phẩm mạ điện có thể làm giảm và/hoặc loại trừ việc sử dụng các chất xúc tác kim loại, như thiếc và/hoặc bismut trong chế phẩm mạ điện.

Theo một số phương án, guanidin vòng theo sáng chế được sử dụng kết hợp với kim loại, như ion kim loại có thể được bổ sung vào chế phẩm mạ điện. Các kim loại có thể được sử dụng kết hợp với guanidin vòng bao gồm, không bị hạn chế, bismut, thiếc, kẽm, ziriconi, titan, magie, vonfram, ytri, molypden, lantan, coban, xeri, magie hoặc hỗn hợp của chúng. Cần lưu ý rằng, các oxit và/hoặc các muối kim loại được nêu trong câu trên cũng như chất liệu có chức năng hữu cơ bao gồm một trong số các kim loại cũng có thể được sử dụng trong sáng chế. Hơn nữa, sẽ đánh giá một số mẫu kim loại chính là các chất xúc tác và do đó, tương tác như các chất

cùng xúc tác với guanidin vòng. Do đó, lượng chất xúc tác kim loại trong chế phẩm mạ điện có thể được giảm xuống bằng cách sử dụng guanidin vòng kết hợp với kim loại.

Theo một số phương án, chế phẩm mạ điện bao gồm $\geq 0,01\%$ hoặc $\geq 0.2\%$ theo trọng lượng của guanidin vòng, trên cơ sở tổng trọng lượng nhựa rắn của chế phẩm mạ điện. Theo các phương án khác, chế phẩm mạ điện bao gồm $< 7\%$ hoặc $< 4\%$ hoặc < 2 theo trọng lượng của guanidin vòng, trên cơ sở tổng trọng lượng nhựa rắn của chế phẩm mạ điện. Theo các phương án cụ thể, lượng guanidin vòng có trong chế phẩm mạ điện có thể nằm trong khoảng giữa sự kết hợp bất kỳ của các giá trị như được nêu trong các câu trên bao gồm cả các giá trị được nêu. Ví dụ, theo các phương án cụ thể, chế phẩm mạ điện bao gồm từ 0,6% đến 2,0% trọng lượng của guanidin vòng, trên cơ sở tổng trọng lượng nhựa rắn của chế phẩm mạ điện.

Như sẽ được mô tả chi tiết hơn dưới đây, guanidin vòng được mô tả trong các phần trên có thể được kết hợp vào trong chế phẩm mạ điện bằng cách sử dụng các phương thức khác nhau. Ví dụ, guanidin vòng có thể: (i) được bổ sung như là chất phụ gia vào chế phẩm mạ điện; (ii) được kết hợp vào polyme tạo màng chính của chế phẩm mạ điện; (iii) được kết hợp vào polyme phân tán trong nước của thành phần mang hạt mài của chế phẩm mạ điện; (iv) được sử dụng để hãm tác nhân hóa rắn trong chế phẩm mạ điện, (v) được kết hợp vào một phần của chất phụ gia điều chỉnh vết lõm, (vi) được kết hợp vào trong gel tế vi và/hoặc (vii) được sử dụng theo sự kết hợp bất kỳ của chúng.

Các bể mạ điện thường được cấp hai thành phần: (i) thành phần mang chính và (ii) thành phần mang hạt mài. Thành phần thứ nhất (thành phần mang chính) có thể là cấp nhựa không được nhuộm màu thường bao gồm hỗn hợp nhựa. Theo các phương án cụ thể, hỗn hợp nhựa bao gồm (a) polyme tạo màng chính (ví dụ, nhựa chứa nhóm muối ion chứa hydro hoạt tính) có các nhóm chức hoạt tính, (b) tác nhân hóa rắn là hoạt tính với các nhóm chức trên polyme tạo màng và (c) các thành phần không được nhuộm màu phân tán trong nước. Các sự khác nhau rộng rãi của các polyme tạo màng chính được biết và có thể được sử dụng trong các bể mạ điện của

sáng chế với điều kiện là các polyme "phân tán trong nước". Như được sử dụng ở đây, cụm từ "phân tán trong nước" sẽ có nghĩa là chất liệu được làm thích ứng để được hòa tan, được phân tán và/hoặc được tạo nhũ tương trong nước. Các polyme tạo màng chính được sử dụng trong sáng chế chứa ion về bản chất. Do đó, theo một số phương án, polyme tạo màng chính là cation. Nói cách khác, polyme tạo màng chính bao gồm các nhóm muối cation, thường được tạo ra bằng cách trung hòa một nhóm chức đối với polyme tạo màng với một axit, tạo khả năng cho polyme tạo màng chính được kết tủa điện phan trên catốt.

Các ví dụ của các polyme tạo màng chính thích hợp để sử dụng trong các chế phẩm mạ điện cation bao gồm, không bị hạn chế, các polyme cation được dẫn xuất từ polyepoxit, acrylic, polyuretan và/hoặc polyeste, các polyme chứa nhóm hydroxyl, các polyme chứa nhóm muối amin hoặc hỗn hợp của chúng. Cần lưu ý rằng, theo một số phương án, polyme tạo màng chính là copolyme của các polyme được nêu trong câu trên.

Do đó, theo một số phương án, polyme tạo màng chính là polyme cation (nhựa cation) được dẫn xuất từ polyepoxit. Ví dụ, polyme tạo màng chính có thể được điều chế bằng phản ứng cùng nhau polyepoxit và chất liệu chứa nhóm polyhydroxyl được lựa chọn từ các chất liệu chứa nhóm hydroxyl rượu và các chất liệu chứa nhóm hydroxyl phenol tạo mạch kéo dài hoặc hình thành trọng lượng phân tử của polyepoxit. Như sẽ được mô tả chi tiết hơn dưới đây, sản phẩm phản ứng sau đó có thể được phản ứng với nhóm muối cation nêu trước để tạo ra polyme cation.

Theo các phương án cụ thể, polyepoxit được kéo dài mạch thường được điều chế như sau: polyepoxit và chất liệu chứa nhóm polyhydroxyl được phản ứng cùng nhau "không pha trộn" hoặc khi có dung môi hữu cơ trơ như keton, bao gồm metyl isobutyl keton và metyl amyl keton, các vòng thơm như toluen và xylen và các glycol ete như đimetyl ete của dietylen glycol. Phản ứng thường xảy ra ở nhiệt độ từ 80°C đến 160°C trong khoảng thời gian từ 30 đến 180 phút cho đến khi thu được sản phẩm phản ứng bằng nhựa có chứa nhóm epoxy.

Theo một số phương án, tỷ lệ tương đương của các chất phản ứng (tức là, chất liệu chứa nhóm epoxy:polyhydroxyl) nằm trong khoảng từ 1,00:0,50 đến 1,00:2,00.

Theo các phương án cụ thể, polyepoxit thường có ít nhất hai nhóm epoxy 1,2. Các chế phẩm epoxy có thể là bão hòa hoặc chưa bão hòa, vòng hoặc acyclic, béo, vòng béo, vòng thơm hoặc dị vòng. Hơn nữa, các chế phẩm epoxy có thể chứa các thành phần thay thế như halogen, hydroxyl và các nhóm etc.

Các ví dụ của các polyepoxit là các phương án có độ tương đương epoxy 1,2 lớn hơn một và/hoặc hai; tức là, các polyepoxit có trung bình là hai nhóm epoxit đối với một phân tử. Các peroxit thích hợp bao gồm các ete polyglycidyl của các rượu polyhydric như các polyol vòng và các ete polyglycidyl của các phenol polyhydric như Bisphenol A. Các polyepoxit này có thể được tạo ra bằng cách ete hóa các phenol polyhydric có epihalohydrin hoặc dihalohydrin như epiclohydrin hoặc điclohydrin có tính kiềm. Ngoài các phenol polyhydric, các polyol vòng khác có thể được sử dụng trong việc điều chế các ete polyglycidyl của các polyol vòng. Các ví dụ của các polyol vòng khác bao gồm các polyol vòng béo, đặc biệt là các polyol xycloaliphatic như bisphenol A được hydro hóa, 1,2- xyclohexan diol và 1,2-bis(hydroxymetyl)xyclohexan.

Theo các phương án cụ thể, các polyepoxit có các trọng lượng tương đương epoxit ≥ 180 . Theo một số phương án, các polyepoxit có các trọng lượng tương đương epoxit < 2000 . Theo các phương án khác, các polyepoxit có các trọng lượng tương đương epoxit nằm trong khoảng giữa sự kết hợp bất kỳ các giá trị được nêu trong các câu trên bằng cách cả các giá trị được nêu. Ví dụ, theo các phương án cụ thể, các polyepoxit có các trọng lượng tương đương epoxit nằm trong khoảng từ 186 đến 1200.

Các polyme acrylic chứa nhóm epoxy cũng có thể được sử dụng trong sáng chế. Theo các phương án cụ thể, các polyme acrylic chứa nhóm epoxy có trọng lượng tương đương epoxy ≥ 750 . Theo các phương án khác, polyme acrylic chứa nhóm epoxy có trọng lượng tương đương epoxy < 2000 . Theo một số phương án,

polyme acrylic chứa nhóm epoxy có trọng lượng tương đương epoxy nằm trong khoảng giữa sự kết hợp bất kỳ của các giá trị được nêu trong các câu trên, kể cả các giá trị được nêu.

Các ví dụ của các chất liệu chứa nhóm polyhydroxyl được sử dụng để kéo dài mạch hoặc làm tăng trọng lượng phân tử polyepoxit (tức là, qua phản ứng hydroxyl-epoxy) bao gồm các chất liệu chứa nhóm rượu hydroxyl và các chất liệu chứa nhóm hydroxyl phenolic. Các ví dụ của các chất liệu chứa nhóm rượu hydroxyl là các polyol đơn giản như neopentyl glycol; các polyester các polyol như các chất liệu được nêu trong patent Mỹ số 4,148,772; các polyete polyol như các chất liệu được nêu trong patent Mỹ số 4,468,307; và các uretan diol như các chất liệu được nêu trong patent Mỹ số 4,931,157. Các ví dụ của các chất liệu chứa nhóm hydroxyl phenol là các phenol polyhydric như Bisphenol A, phloroglucinol, catechol và resorcinol. Các hỗn hợp của các chất liệu chứa nhóm rượu hydroxyl và các chất liệu chứa nhóm hydroxyl phenol cũng có thể được sử dụng.

Polyme tạo màng chính có thể chứa các nhóm muối cation, có thể được kết hợp thành phân tử nhựa như sau: sản phẩm phản ứng dạng nhựa được tạo ra như được mô tả trên tiếp tục được phản ứng với nhóm muối cation được nêu trước. Cụm từ "nhóm muối cation nêu trước" có nghĩa là chất liệu phản ứng được với các nhóm epoxy và có thể được axit hóa trước, trong hoặc sau khi phản ứng với các nhóm epoxy để tạo các nhóm muối cation. Các ví dụ các chất liệu thích hợp bao gồm các amin như các amin bậc nhất hoặc bậc hai có thể được axit hóa sau phản ứng với các nhóm epoxy để tạo các nhóm muối amin hoặc các amin bậc ba có thể được axit hóa trước khi phản ứng với các nhóm epoxy và sau phản ứng với các nhóm epoxy tạo các nhóm muối amoni bậc bốn. Các ví dụ của nhóm muối cation nêu trước là các sulfua có thể được trộn với axit trước khi phản ứng các nhóm epoxy và tạo các nhóm muối sulfoni bậc ba trước khi phản ứng tiếp theo với các nhóm epoxy.

Khi các amin được sử dụng như các chất tạo muối cation, các monoamin, các amin chứa hydroxyl, các polyamin hoặc hỗn hợp của chúng có thể được sử dụng.

Các amin bậc ba và bậc hai được sử dụng thường xuyên hơn so với các amin bậc nhất vì các amin bậc nhất là đa chức so với các nhóm epoxy và có xu hướng tạo gel lớn hơn với hỗn hợp phản ứng. Nếu các polyamin hoặc các amin bậc nhất được sử dụng, chúng có thể được sử dụng hầu như dư về tỷ lệ đối với tính chức epoxy trong polyepoxit để ngăn chặn sự tạo gel và amin dư có thể được loại ra từ hỗn hợp phản ứng bởi kỹ thuật mạ chân không hoặc kỹ thuật khác ở cuối phản ứng. Epoxy có thể được bổ sung vào amin để đảm bảo amin dư.

Các ví dụ của các amin chứa hydroxyl bao gồm, nhưng không bị giới hạn, các alkanolamin, các dialkanolamin, các alkyl alkanolamin và các aralkyl alkanolamin chứa từ 1 đến 18 nguyên tử cacbon, như từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, trong từng nhóm alkanol, alkyl và aryl. Các ví dụ cụ thể bao gồm etanolamin, N-metyletanolamin, dietanolamin, N-phenyletanolamin, N, N-đimetyletanolamin, N-metyldietanolamin, 3-aminopropyldietanolamin và N-(2-hydroxyetyl)-piperazin.

Các amin như một, hai và ba alkylamin và amin aryl-alkyl hỗn hợp không chứa nhóm hydroxyl hoặc các amin được thế bởi các nhóm khác với hydroxyl không ảnh hưởng xấu đến phản ứng giữa amin và epoxy cũng có thể được sử dụng. Các ví dụ cụ thể bao gồm etylamin, metyletylamin, trietylamin, N-benzylđimetylamin, đicocoamin, 3-đimetylaminopropylamin và N, N-đimetylxyclohexylamin.

Các hỗn hợp của các amin được nêu trên cũng có thể được sử dụng trong sáng chế.

Phản ứng của các amin thứ nhất và/hoặc thứ hai với polyepoxit xảy ra khi trộn amin và polyepoxit. Amin có thể được bổ sung vào polyepoxit hoặc ngược lại. Phản ứng có thể được thực hiện không pha tạp hoặc khi có dung môi thích hợp như methyl isobutyl keton, xylen hoặc 1-metoxi-2-propanol. Phản ứng thường là tỏa nhiệt và việc làm nguội có thể là cần thiết. Tuy nhiên, việc đốt nóng chỉ đến nhiệt độ vừa phải, nằm trong khoảng từ 50°C đến 150°C có thể được thực hiện để đẩy nhanh phản ứng.

Sản phẩm phản ứng của các amin thứ nhất và/hoặc thứ hai và polyepoxit được thực hiện bởi cation và phân tán trong nước bằng cách trung hòa ít nhất một phần với axit. Các axit thích hợp bao gồm các axit hữu cơ hoặc vô cơ. Các ví dụ không bị giới hạn của các axit hữu cơ thích hợp bao gồm axit formic, axit axetic, axit metansulfonic và axit lactic. Các ví dụ không bị giới hạn của các axit vô cơ thích hợp bao gồm axit phosphoric và axit sulfamic. Tên gọi "axit sulfamic" là chỉ chính axit sulfamic hoặc các dẫn xuất của nó như các loại có công thức cấu tạo như sau:



trong đó R là hydro hoặc nhóm alkyl có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon.

Cần lưu ý rằng, các hỗn hợp của các axit được nêu trên cũng có thể được sử dụng trong sáng chế.

Mức độ trung hòa của cation chế phẩm mạ điện biến đổi cùng với sản phẩm phản ứng cụ thể được đề cập. Tuy nhiên, một lượng axit đủ phải được sử dụng để phân tán chế phẩm mạ điện trong nước. Thông thường, lượng axit được sử dụng tạo ra ít nhất là 20 phần trăm of all of the tổng lượng trung hòa. Axit dư cũng có thể được sử dụng vượt lượng cần thiết đối với 100 phần trăm tổng lượng trung hòa. Ví dụ, theo một số phương án, lượng axit được sử dụng để trung hòa chế phẩm mạ điện là $\geq 1\%$ trên cơ sở tổng lượng các amin trong chế phẩm mạ điện. Theo các phương án khác, lượng axit được sử dụng để trung hòa chế phẩm mạ điện là $< 100\%$ trên cơ sở tổng các amin trong chế phẩm mạ điện. Theo các phương án cụ thể, tổng lượng axit được sử dụng để trung hòa chế phẩm mạ điện nằm trong khoảng giữa sự kết hợp bất kỳ các giá trị được nêu trên các dòng ở trên, kể cả các giá trị được nêu. Ví dụ, tổng lượng axit được sử dụng để trung hòa chế phẩm mạ điện có thể là 20%, 35%, 50%, 60% hoặc 80% trên cơ sở tổng các amin trong chế phẩm mạ điện.

Trong phản ứng của amin bậc ba với polyepoxit, amin bậc ba có thể được phản ứng trước với axit trung hòa để tạo muối amin và sau đó muối amin được phản ứng với polyepoxit để tạo nhựa chứa nhóm muối bậc bốn. Phản ứng được tiến hành bằng cách trộn muối amin với polyepoxit trong nước. Thông thường, lượng nước có ở mức nằm trong khoảng từ 1,75% đến 20% trọng lượng tính theo tổng lượng chất rắn hỗn hợp phản ứng.

Trong việc tạo nhựa chứa nhóm muối amoni bậc bốn, nhiệt độ phản ứng có thể được thay đổi từ nhiệt độ thấp nhất mà phản ứng xảy ra, thường nhiệt độ phòng hoặc cao hơn chút ít, đến nhiệt độ tối đa là 100°C (ở áp suất môi trường). Ở các áp suất cao hơn, các nhiệt độ phản ứng cao hơn có thể được sử dụng. Theo một số phương án, nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 60°C đến 100°C. Các dung môi như este bị ứ đọng không gian, ete hoặc keton bị ứ đọng không gian có thể được sử dụng, nhưng việc sử dụng chúng là không cần thiết.

Bổ sung vào các amin bậc nhất, bậc hai và bậc ba được nêu trên, một phần của amin được phản ứng với polyepoxit có thể là ketimin của polyamin, như được mô tả trong patent Mỹ số 4,104,147, cột 6, dòng 23 đến cột 7, dòng 23. Các nhóm ketimin phân hủy khi phân tán sản phẩm phản ứng nhựa epoxy-amin trong nước. Theo một phương án của sáng chế, ít nhất một phần của các hydro hoạt tính có trong nhựa (a) bao gồm các nhóm amin thứ nhất được dẫn xuất từ phản ứng của chế phẩm chứa ketimin và chế phẩm chứa nhóm epoxy như các chế phẩm được mô tả trên.

Bổ sung vào các nhựa chứa các muối amin và các nhóm muối amoni bậc bốn, các polyme cation chứa các nhóm sulfoni bậc ba có thể được sử dụng trong chế phẩm của sáng chế. Các ví dụ của các loại nhựa này và các phương pháp điều chế được mô tả trong các patent Mỹ số 3,793,278 và số 3,959,106.

Các loại nhựa chứa nhóm muối cation, chứa hydro hoạt tính thích hợp có thể bao gồm copolyme của một hoặc một số alkyl este của axit acrylic hoặc axit (met)acrylic một cách tùy ý cùng với một hoặc một số monome chưa bão hòa etylen trung hợp được khác. Các alkyl este thích hợp của axit acrylic hoặc axit

(met)acrylic bao gồm metyl (met)acrylat, etyl (met)acrylat, butyl (met)acrylat, etyl acrylat, butyl acrylat và 2-etyl hexyl acrylat. Các monome chưa bão hòa etylen đồng trùng hợp được khác bao gồm các nitril như acrylonitril và (met)acrylonitril, vinyl và các vinyliden halogenua như vinyl clorua và vinyliden florua và các vinyl este như vinyl axetat. Axit và các monome chưa bão hòa etylen chức anhydrit như axit acrylic, axit (met)acrylic hoặc anhydrit, axit itaconic, axit maleic hoặc anhydrit hoặc axit fumaric có thể được sử dụng. Các monome chức amit bao gồm acrylamit, (met)acrylamit và các (met)acrylamit được thế bởi N-alkyl cũng là thích hợp. Các chế phẩm thơm vinyl như styren và vinyl toluen có thể được sử dụng với điều kiện là độ bền chống quang suy biến ở mức độ cao của polyme không được yêu cầu.

Các nhóm chức như các nhóm hydroxyl và amino có thể được kết hợp thành polyme acrylic bằng cách sử dụng các monome chức như các hydroxyalkyl acrylat và các metacrylat hoặc các aminoalkyl acrylat và các metacrylat. Các nhóm chức epoxit (đối nghịch với các nhóm muối cation) có thể được kết hợp thành polyme acrylic bằng cách sử dụng các monome chức như glyxidyl acrylat và metacrylat, 3,4-epoxyxyclohexylmetyl(met)acrylat, 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyl(met)acrylat hoặc alyl glyxidyl ete. Theo cách khác, các nhóm chức epoxit có thể được kết hợp thành polyme acrylic nhờ phản ứng các nhóm carboxyl trên polyme acrylic với epihalohydrin hoặc dihalohydrin như epiclohydrin hoặc diclohydrin.

Polyme acrylic có thể được tạo ra nhờ gốc tự do thông thường được bắt đầu bằng các công nghệ polyme hóa, polyme hóa dung dịch hoặc polyme hóa nhũ tương như được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này bằng cách sử dụng các chất xúc tác thích hợp bao gồm các peroxit hữu cơ và các chế phẩm dạng azo các tác nhân chuyển mạch tùy ý như alpha-metyl styren đime và dodecyl mercaptan bậc ba. Các polyme acrylic bổ sung là thích hợp để tạo polyme cation chứa hydro hoạt tính và có thể được sử dụng trong các chế phẩm mạ điện của sáng chế bao gồm các loại nhựa được mô tả trong các patent Mỹ số 3,455,806 và số 3,928,157.

Như được nêu trên, polyme tạo màng chính cũng có thể được dẫn xuất tạo polyuretan. Trong số các polyuretan có thể được sử dụng là các polyol polyme được

tạo ra bởi phản ứng các polyeste polyol hoặc các polyol acrylic như các chế phẩm được nêu trên có polyisoxyanat như tỷ lệ tương đương OH/NCO là lớn 1:1 sao cho các nhóm hydroxyl tự do có trong sản phẩm. Các rượu polyhydric nhỏ hơn như được nêu trên để sử dụng trong việc tạo ra polyeste cũng có thể được sử dụng thay thế hoặc kết hợp với các polyol polyme.

Các ví dụ bổ sung của các polyme polyuretan thích hợp để tạo polyme cation chứa hydro hoạt tính bao gồm polyuretan, polyurê và các polyme poly(uretan-urê) được tạo ra nhờ phản ứng các polyete polyol và/hoặc các polyete polyamin với các polyisoxyanat. Các polyme polyuretan được mô tả trong patent Mỹ số 6,248,225.

Các nhóm chức epoxit có thể được kết hợp thành polyuretan theo các phương pháp được biết rõ trong lĩnh vực kỹ thuật này. Ví dụ, nhóm epoxit có thể được kết hợp theo phản ứng glyxidol với các nhóm isoxyanat tự do.

Các polyuretan chứa nhóm sulfoni cũng có thể được tạo ra theo ít nhất phản ứng một phần của các thành phần sulfua chức hydroxy như thiodiglycol và thiodipropanol, dẫn đến sự kết hợp lưu huỳnh thành mạch chính của polyme. Polyme chứa lưu huỳnh sau đó được phản ứng với chế phẩm epoxy đơn chức có sự hiện diện của axit để tạo nhóm sulfoni. Các thành phần epoxy đơn chức thích hợp bao gồm oxit etylen, oxit propylen, glyxidol, phenylglyxidyl ete và CARDURA E, khả dụng từ Resolution Performance Products.

Trong sự bổ sung được dẫn xuất từ polyepoxit hoặc polyuretan, polyme tạo màng chính cũng có thể được dẫn xuất từ polyeste. Các polyeste này có thể được tạo ra theo phương thức được biết nhờ sự ngưng tụ các rượu polyhydric và các axit polycarboxylic. Các rượu polyhydric thích hợp bao gồm, ví dụ, etylen glycol, propylen glycol, butylen glycol, 1,6-hexylen glycol, neopentyl glycol, dietylen glycol, glyxerol, trimetylol propan và pentaerytritol. Các ví dụ của các axit polycarboxylic thích hợp được sử dụng để tạo ra polyeste bao gồm axit succinic, axit adipic, axit azelaic, axit sebacic, axit maleic, axit fumaric, axit phtalic, axit tetrahydrophtalic, axit hexahydrophtalic, và axit trimelitic. Ngoài các axit polycarboxylic được nêu trên, các tương đương về chức của các axit như các

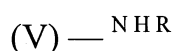
anhydrit trong đó chúng tồn tại hoặc các alkyl este thấp hơn của các axit như các metyl este có thể được sử dụng. Hơn nữa, các axit hydroxy và/hoặc các lacton như caprolacton và/hoặc axit 12-hydroxystearic cũng có thể được sử dụng như các thành phần của polyeste.

Các polyeste chứa một phần các nhóm hydroxyl tự do (thu được từ việc sử dụng rượu polyhydric dư và/hoặc các polyol cao hơn trong quá trình điều chế polyeste) là khả dụng từ các phản ứng hóa rắn.

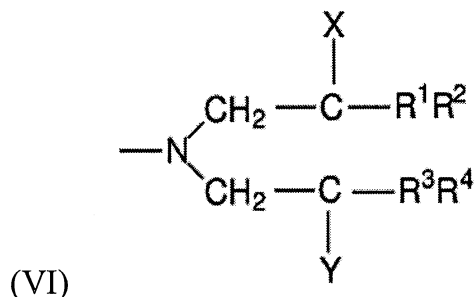
Các nhóm chức epoxit có thể được kết hợp thành polyeste theo phản ứng các nhóm carboxyl trên polyeste với epihalohydrin hoặc dihalohydrin như epiclohydrin hoặc diclohydrin. Theo cách khác, theo một số phương án, polyeste chức axit có thể được kết hợp thành epoxy polyme nhờ phản ứng của các nhóm carboxyl với polyepoxit dư.

Các nhóm muối sulfoni có thể được đưa vào theo phản ứng của polyme chứa nhóm epoxy các loại được mô tả trên với sulfua khi có sự hiện diện của axit, như được mô tả trong các patent Mỹ số 3,959,106 và số 4,715,898. Các nhóm sulfoni có thể được đưa vào các mạch chính của polyeste được mô tả bằng cách sử dụng các điều kiện phản ứng tương tự.

Theo một số phương án, polyme tạo màng chính còn bao gồm các nhóm muối amin cation được dẫn xuất từ các nhóm amino treo và/hoặc liên kết cuối. Cụm từ "cuối và/hoặc treo" có nghĩa là các nhóm amino bậc nhất và/hoặc bậc hai có mặt như tác nhân thay thế được treo từ hoặc ở vị trí liên kết cuối của mạch chính polyme hoặc theo cách khác là tác nhân thay thế nhóm cuối của nhóm được treo và/hoặc liên kết cuối từ mạch chính của polyme. Nói cách khác, các nhóm amino mà từ đó các nhóm muối amin cation được dẫn xuất không được yêu cầu phải ở trong phạm vi mạch chính polyme. Các nhóm amino treo và/hoặc liên kết cuối có thể có các công thức cấu tạo (V) hoặc (VI) như sau:



và/hoặc



trong đó R thể hiện hoặc H hoặc từ C₁ đến C₁₈ alkyl; R¹, R², R³ và R⁴ là giống nhau hoặc khác nhau và từng ký hiệu R thể hiện một cách độc lập hoặc H hoặc từ C₁ đến C₄ alkyl; và X và Y có thể là giống nhau hoặc khác nhau và từng ký hiệu này thể hiện một nhóm hydroxyl và/hoặc nhóm amino.

Như được sử dụng ở đây kết hợp với các công thức cấu tạo (V) và (VI), "alkyl" là chỉ alkyl và aralkyl, có vòng hoặc không vòng, các nhóm hydrocacbon hóa trị một tuyến tính hoặc được phân nhánh. Các nhóm alkyl có thể không được thế hoặc được thế bởi một hoặc một số nguyên tử khác loại, ví dụ, các nguyên tử không cacbon, không hydro như một hoặc một số nguyên tử oxy, nitơ hoặc lưu huỳnh.

Các nhóm amino treo và/hoặc liên kết cuối được thể hiện theo các công thức cấu tạo (V) và (VI) trên có thể được dẫn xuất từ chế phẩm được lựa chọn từ nhóm bao gồm amoni, metylamin, dietanolamin, diisopropanolamin, N-hydroxyetyl etylendiamin, diethylentriamin và các hỗn hợp của chúng. Một hoặc một số các thành phần này được phản ứng với một hoặc một số các polyme được mô tả trên, ví dụ, polyepoxit polyme, trong đó các nhóm epoxy là vòng được mở qua phản ứng với polyamin, nhờ đó tạo các nhóm amino liên kết cuối và các nhóm hydroxyl bậc hai.

Theo một số phương án, các nhóm amino liên kết cuối có công thức cấu tạo (VI), trong đó cả X và Y bao gồm các nhóm amino thứ nhất (ví dụ, nhóm amino được dẫn xuất từ diethylentriamin). Cần phải hiểu rằng, trong ví dụ này, trước khi

phản ứng với polyme, các nhóm amino thứ nhất có thể bị chặn, ví dụ, bởi phản ứng với keton như metyl isobutyl keton, để tạo diketimin. Các ketimin này là các chất liệu được nêu trong patent Mỹ số 4,104,147, cột 6, dòng 23 đến cột 7, dòng 23. Các nhóm ketimin có thể phân hủy khi phân tán sản phẩm phản ứng amin-epoxy trong nước, nhờ đó tạo các nhóm amin thứ nhất tự do khi hóa rắn các vị trí phản ứng.

Theo các phương án cụ thể, các amin mà từ đó các nhóm amino treo và/hoặc liên kết cuối được dẫn xuất bao gồm các nhóm amin thứ nhất và/hoặc thứ hai như các hydro hoạt tính của các amin sẽ được tiêu thụ bởi phản ứng với ít nhất tác nhân hóa rắn polyisoxyanat béo được chặn một phần để tạo các nhóm urê hoặc các liên kết trong quá trình phản ứng hóa rắn.

Cần phải hiểu rằng, theo một số phương án, các hydro hoạt tính được kết hợp với polyme tạo màng chính bao gồm các hydro hoạt tính bất kỳ phản ứng với các isoxyanat ở nhiệt độ đủ để hóa rắn chế phẩm mạ điện như được nêu trên (tức là, ở nhiệt độ bằng hoặc thấp hơn 182,2°C (360°F)). Các hydro hoạt tính thường được dẫn xuất từ nhóm hydroxyl hoạt tính và amino bậc nhất và bậc hai, bao gồm các nhóm được trộn như hydroxyl và amino bậc nhất. Theo một số phương án của sáng chế, ít nhất một phần của các hydro hoạt tính được dẫn xuất từ nhóm hydroxyl bao gồm các nhóm hydroxyl phenol. Theo một số phương án, polyme tạo màng chính có có hàm lượng hydro hoạt tính ≥ 1 mili đương lượng hydro hoạt tính cho một gam nhựa rắn. Theo các phương án khác, polyme tạo màng chính có có hàm lượng hydro hoạt tính < 4 mili đương lượng hydro hoạt tính cho một gam nhựa rắn. Theo các phương án cụ thể, polyme tạo màng chính có hàm lượng hydro hoạt tính nằm giữa sự kết hợp bất kỳ các giá trị được nêu trong các câu trên, kể cả các giá trị được nêu. Ví dụ, theo một số phương án, polyme tạo màng chính có hàm lượng hydro hoạt tính nằm trong khoảng từ 2 đến 3 mili đương lượng hydro hoạt tính cho một gam nhựa rắn.

Mức độ tạo nhóm muối cation phải sao cho khi nhựa được trộn với môi trường nước và các thành phần khác, sự phân tán ổn định của chế phẩm mạ điện sẽ được tạo ra. Cụm từ "sự phân tán ổn định" có nghĩa là nhựa này không lắng đọng

hoặc được tái phân tán một cách dễ dàng nếu xảy ra sự lắng đọng ở mức độ nào đó. Hơn nữa, sự phân tán phải có đủ đặc tính cation để các hạt nhựa được phân tán sẽ bám lên catốt khi có hiệu điện thế được xác định ở giữa anốt và catốt được nhúng chìm trong sự phân tán chất lỏng.

Theo các phương án cụ thể, polyme tạo màng chính trong chế phẩm mạ điện của sáng chế bao gồm $\geq 0,1$ mili đương lượng nhóm muối cation cho một gam nhựa rắn. Theo các phương án khác, polyme tạo màng chính bao gồm $< 3,0$ mili đương lượng nhóm muối cation cho một gam nhựa rắn. Theo một số phương án, mili đương lượng nhóm muối cation cho một gam nhựa rắn trong polyme tạo màng chính nằm trong khoảng giữa sự kết hợp bất kỳ các giá trị được nêu trong các câu trên, kể cả các giá trị được nêu. Ví dụ, theo một số phương án, chế phẩm mạ điện bao gồm từ 0,1 đến 0,7 mili đương lượng nhóm muối cation cho một gam nhựa rắn.

Hơn nữa, theo một số phương án, polyme tạo màng chính thường không tạo gel có phân tử lượng trung bình là ≥ 2000 . Theo các phương án khác, polyme tạo màng chính là không tạo gel và có phân tử lượng trung bình là $< 15,000$. Theo các phương án cụ thể, phân tử lượng trung bình của polyme tạo màng chính nằm trong khoảng giữa sự kết hợp bất kỳ của các giá trị, được nêu trong các câu trên, kể cả các giá trị được nêu. Ví dụ, theo một số phương án, phân tử lượng trung bình của polyme tạo màng chính nằm trong khoảng từ 5000 đến 10,000. Như được sử dụng ở đây, cụm từ "không tạo gel" có nghĩa là polyme hầu như không chứa liên kết ngang và trước khi tạo nhóm muối cation, nhựa có độ nhớt thực chất đo được khi được hòa tan vào dung môi thích hợp. Ngược lại, nhựa được tạo gel có phân tử lượng cơ bản là không xác định sẽ có độ nhớt cần đo thực sự quá cao.

Theo các phương án cụ thể, polyme tạo màng chính có trong chế phẩm mạ điện ở mức $\geq 40\%$ trọng lượng tính theo tổng lượng của toàn bộ nhựa rắn có trong chế phẩm mạ điện. Theo các phương án khác, polyme tạo màng chính có trong chế phẩm mạ điện ở mức $< 95\%$ trọng lượng tính theo tổng lượng của toàn bộ nhựa rắn có trong chế phẩm mạ điện. Theo một số phương án, phần trăm trọng lượng của polyme tạo màng chính trong chế phẩm mạ điện nằm trong khoảng giữa sự kết hợp

bất kỳ của các giá trị, được nêu trong các câu trên, kể cả các giá trị được nêu. Ví dụ, polyme tạo màng chính có trong chế phẩm mạ điện ở mức nằm trong khoảng từ 50% đến 75% trọng lượng tính theo tổng lượng của toàn bộ nhựa rắn có trong chế phẩm mạ điện.

Theo một số phương án, các polyme tạo màng chính có thể được lựa chọn từ các polyme acrylic cation như các chất liệu được nêu trong các patent Mỹ số 3,455,806 và số 3,928,157. Theo một số phương án, polyme tạo màng chính có thể được lựa chọn từ các polyme được mô tả trong các patent Mỹ số 6,165,338 và số 4,543,376, được kết hợp ở đây để tham chiếu. Theo các phương án cụ thể, các polyme tạo màng chính có thể được lựa chọn từ các polyme chứa nhóm hydroxy bao gồm, không bị hạn chế, sản phẩm phản ứng của: (i) bisphenol A và oxit etylen, (ii) bisphenol A và propylen oxit, (iii) bisphenol A và polyetylen oxit và/hoặc polypropylen oxit các điamin và/hoặc (iv) cả bisphenol A và bisphenol A diglycidal. Theo các phương án khác, các polyme tạo màng chính có thể là các polyme chứa nhóm muối amin bao gồm, không bị hạn chế, các sản phẩm phản ứng được hòa tan bởi axit của các polyepoxit và các amin bậc nhất hoặc bậc hai như các chất liệu được nêu trong các patent Mỹ số 3,663,389; 3,984,299; 3,947,338; 3,947,339; và 4,116,900. Các amin bậc nhất hoặc bậc hai bao gồm, không bị hạn chế, methyl ethanol amin, dietanolamin, dietylen triamin diketimin, dietyl amin, dimetyl amin, các di alkyl amin khác, các amino propyl dietanol amin, hoặc hỗn hợp của chúng. Thông thường, các polyme chứa nhóm muối amin này được sử dụng kết hợp với tác nhân hóa rắn isoxyanat bị khuấy. Isoxyanat có thể bị khuấy hoàn toàn như được mô tả trong patent Mỹ số 3,984,299 nêu trên hoặc isoxyanat có thể bị khuấy một phần và được phản ứng với mạch chính polyme như được mô tả trong các patent Mỹ số 3,947,338. Đồng thời, các chế phẩm một thành phần như được mô tả trong patent Mỹ số 4,134,866 và patent DE-OS số 2,707,405 có thể được sử dụng như nhựa tạo màng.

Ngoài các polyme chứa nhóm muối amin, các polyme chứa nhóm muối amoni bậc bốn cũng có thể được sử dụng. Các ví dụ của các polyme này là các phương án được tạo ra nhờ phản ứng polyepoxit hữu cơ với muối amin bậc ba. Các

polyme này được mô tả trong các patent Mỹ số 3,962,165; 3,975,346; và 4,001,101. Các ví dụ các polyme cation khác là các polyme chứa nhóm muối sulfoni bậc ba và các polyme chứa nhóm muối phosphoni bậc bốn như các chất liệu được nêu tương ứng trong các patent Mỹ số 3,793,278 và 3,984,922. Đồng thời, các polyme tạo màng mà xử lý qua sự chuyển hóa este như được mô tả trong Công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số 12463 có thể được sử dụng. Tiếp theo, các chế phẩm cation được tạo ra từ các bazơ Mannich như được mô tả trong patent Mỹ số 4,134,932 có thể được sử dụng.

Như được nêu trên, bổ sung vào (a) polyme tạo màng chính, hỗn hợp nhựa còn bao gồm (b) tác nhân hóa rắn (tác nhân liên kết ngang) tức là hoạt tính với các nhóm chức hoạt tính, như các nhóm hoạt tính hydro trên polyme tạo màng chính. Các tác nhân hóa rắn có thể được sử dụng với sáng chế bao gồm, nhưng không bị giới hạn, uretan, isoxyanat, este hoặc hỗn hợp của chúng.

Cần phải hiểu rằng, các ví dụ không bị giới hạn của các tác nhân hóa rắn uretan bao gồm các sản phẩm của (i) phản ứng amin-cacbonat và/hoặc (ii) phản ứng isoxyanat-rượu.

Các ví dụ không bị giới hạn của các cacbonat vòng thích hợp có thể được sử dụng để tạo tác nhân hóa rắn uretan, bao gồm, không bị hạn chế, propylen cacbonat, etylen cacbonat, butylen cacbonat hoặc hỗn hợp của chúng. Các ví dụ không bị giới hạn của các cacbonat không vòng thích hợp có thể được sử dụng để tạo uretan, bao gồm, không bị hạn chế, dimetyl cacbonat, dietyl cacbonat, metyletyl cacbonat, dipropyl cacbonat, methylpropyl cacbonat, dibutyl cacbonat hoặc hỗn hợp của chúng. Theo một số phương án của sáng chế, acrylic cacbonat bao gồm dimetyl cacbonat. Các ví dụ không bị giới hạn của các amin thích hợp có thể được sử dụng để tạo uretan, bao gồm, không bị hạn chế, dietylen triamin, đipropylen triamin, bis-hexametylen triamin, isophoron điamin, 4'-bis-aminoxyclohexylamin, xylylen điamin, N-hydroxyetyl etylen điamin, hexametylen triamin, trisaminoetylamin hoặc hỗn hợp của chúng. Theo một số phương án, tác nhân hóa rắn là sản phẩm phản ứng của polyamin và cacbonat vòng. Cần phải hiểu rằng, theo các phương án cụ thể, các

amin bậc nhất của polyamin được phản ứng với cacbonat vòng. Theo một số phương án của sáng chế, sản phẩm phản ứng của polyamin và cacbonat vòng sau đó có thể được phản ứng với polyme chức epoxy như các chế phẩm được sử dụng được tạo ra Thiết bị chính và/hoặc Chất mang nghiền. Cụ thể là, theo một số phương án, amin bậc hai của sản phẩm phản ứng được phản ứng với nhóm chức epoxy của polyme chức epoxy.

Các ví dụ không bị giới hạn của các isoxyanat thích hợp có thể được sử dụng để tạo tác nhân hóa rắn uretan bao gồm, không bị hạn chế, toluen diisoxyanat, metylen điphenyl 4,4'-diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, xylylene diisoxyanat, tetrametylxyllylen diisoxyanat, các diisoxyanat béo mạch thẳng như 1,4-tetrametylen diisoxyanat, norbornan diisoxyanat và 1,6-hexametylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat và 4,4'-metylen-bis-(xyclohexyl isoxyanat), diisoxyanat thơm như p-phenylen diisoxyanat, điphenylmetan-4,4'-diisoxyanat và 2,4- hoặc 2,6-toluen diisoxyanat, các polyisoxyanat cao hơn như triphenylmetan-4,4',4"-triisoxyanat, 1,2,4-benzen triisoxyanat và polymetylen polyphenyl isoxyanat và các trime của 1,6- hexametylen diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng. Cần lưu ý rằng, các đime, các trime và các chất liệu chức cao hơn của các isoxyanat cũng có thể được sử dụng trong sáng chế. Các ví dụ không bị giới hạn của các loại rượu thích hợp có thể được sử dụng để tạo uretan bao gồm, không bị hạn chế, metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, các glycol ete và các loại rượu khác.

Như được nêu trên, các tác nhân hóa rắn thích hợp đối với các polyme chứa nhóm muối amin, các polyme acrylic cation và/hoặc các polyme chứa nhóm hydroxy bao gồm các isoxyanat cũng như các isoxyanat bị khuất. Cần lưu ý rằng, như được sử dụng ở đây, "các isoxyanat" cũng bao gồm các polyisoxyanat và ngược lại. Tác nhân hóa rắn polyisoxyanat có thể là polyisoxyanat bị khuất hoàn toàn với hầu như không có các nhóm isoxyanat tự do hoặc có thể bị khuất một phần và được phản ứng với nhựa mạch chính như được mô tả trong patent Mỹ số 3,984,299. Polyisoxyanat có thể là polyisoxyanat béo, thơm hoặc hỗn hợp của chúng. Theo một số phương án, các diisoxyanat được sử dụng, mặc dù theo các phương án khác,

các polyisoxyanat cao hơn có thể được sử dụng thay thế hoặc kết hợp với các diisoxyanat.

Các chất tiền trùng hợp isoxyanat, ví dụ, các sản phẩm phản ứng của các polyisoxyanat với các polyol như neopentyl glycol và trimetylol propan hoặc với các polyol polyme như các polycaprolacton diol và triol (NCO/OH tỷ lệ tương đương lớn hơn một) cũng có thể được sử dụng. Hỗn hợp của diphenylmetan-4,4'-diisoxyanat và polymetylen polyphenyl isoxyanat có thể được sử dụng.

Rượu hoặc polyol bất kỳ thích hợp có thể được sử dụng như tác nhân phong bế đối với polyisoxyanat trong chế phẩm mạ điện của sáng chế được tạo ra để tác nhân sẽ được lộ ra ở nhiệt độ xử lý và sản phẩm được tạo gel không được tạo ra. Ví dụ, các loại rượu thích hợp bao gồm, không bị hạn chế, metanol, etanol, propanol, rượu isopropyl, butanol, 2-ethylhexanol, butoxyetanol, hexyloxyetanol, 2-ethylhexyloxyetanol, n-butanol, xyclohexanol phenyl carbinol, metylphenyl carbinol, etylen glycol monobutyl ete, dietylen glycol monobutylet, etylen glycol monometylet, propylen glycol monometylet, hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo các phương án cụ thể của sáng chế, tác nhân che bao gồm một hoặc một số 1,3-glycol và/hoặc 1,2-glycol. Theo một phương án của sáng chế, tác nhân che bao gồm một hoặc một số 1,2-glycol, thường là một hoặc một số 1,2-glycol có từ C₃ đến C₆. Ví dụ, tác nhân che có thể được lựa chọn từ ít nhất là 1,2-propanediol, 1,3-butanediol, 1,2-butanediol, 1,2-pentanediol, trimetylpenten diol và/hoặc 1,2-hexanediol.

Các tác nhân che thích hợp khác bao gồm các oxim như metyl etyl ketoxim, axeton oxim và xyclohexanon oxim và các lactam như epsilon-caprolactam.

Như được nêu trên, theo một số phương án, tác nhân hóa rắn được sử dụng trong sáng chế là tác nhân hóa rắn este. Cần lưu ý rằng, như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "este" cũng bao gồm các polyeste. Do đó, theo một số phương án, tác nhân hóa rắn polyeste. Các tác nhân hóa rắn polyeste thích hợp bao gồm các chất liệu có nhiều hơn một nhóm este đối với một phân tử. Các nhóm este có ở mức ở

mức đủ để làm ảnh hưởng đến liên kết ngang, ví dụ ở các nhiệt độ lên đến 250°C và thời gian hóa rắn lên đến 90 phút. Cần phải hiểu rằng, nhiệt độ hóa rắn và thời gian hóa rắn chấp nhận được sẽ phụ thuộc vào các nền được phủ và việc sử dụng cuối cùng của chúng.

Các chế phẩm thường là thích hợp làm tác nhân hóa rắn polyeste là các polyeste của các axit polycarboxylic. Các ví dụ không bị giới hạn bao gồm các bis(2-hydroxyalkyl)este của các axit dicarboxylic như bis(2-hydroxybutyl) azelat và bis(2-hydroxyetyl)terephthalat; tri(2-ethylhexanoyl)trimelitat; và các poly(2-hydroxyalkyl)este của các axit nửa este được tạo ra từ dicarboxylic axit anhydrit và rượu, bao gồm các loại rượu polyhydric. Loại sau là thích hợp để tạo polyeste có tính chức cuối cùng lớn hơn 2. Một phương án thích hợp bao gồm polyeste được tạo ra bởi lượng tương đương phản ứng thứ nhất của dicarboxylic axit anhydrit {ví dụ, suxinic anhydrit hoặc phthalic anhydrit} với rượu trihydric hoặc tetrahydric như glycerol, trimetylolpropan hoặc pentaerytritol ở các nhiệt độ dưới 150°C và sau đó tạo phản ứng polyeste axit với ít nhất một lượng tương đương epoxy alkan như epoxy 1, 2 butan, oxit etylen hoặc propylen oxit. Tác nhân hóa rắn polyeste (ii) có thể bao gồm anhydrit. Polyeste thích hợp khác bao gồm 2-hydroxy-được ngắt mạch alkyl poly-alkylenglycol terephthalat thấp hơn.

Theo một số phương án, polyeste bao gồm ít nhất một nhóm este đối với một phân tử trong đó nguyên tử cacbon tiếp giáp với hydroxyl được este hóa có nhóm hydroxyl tự do.

Cũng thích hợp là polyeste bốn chức được tạo ra từ trung gian este một nửa được tạo ra bởi phản ứng trimelitic anhydrit và propylen glycol (tỷ lệ mol là 2:1), khi đó phản ứng chất trung gian với epoxy 1, 2 butan và glycidyl este của các axit monocarboxylic được phân nhánh.

Theo một số phương án, trong đó nhựa chứa hydro hoạt tính bao gồm các nhóm muối cation, tác nhân hóa rắn polyeste là hầu như không chứa axit. Đối với các mục đích của sáng chế, cụm từ "hầu như không chứa axit" có nghĩa là có ít hơn 0,2 meq/g axit. Đối với các hệ nước, ví dụ đối với mạ điện catốt, các chế phẩm mạ,

các tác nhân hóa rắn polyeste thích hợp có thể bao gồm các polyeste không axit được tạo ra từ olycarboxylic axit anhydrit, một hoặc một số glycol, các loại rượu, các glycol một ete, các polyol và/hoặc các monoepoxit.

Các polycarboxylic anhydrit thích hợp có thể bao gồm các dicarboxylic axit anhydrit như suxinic anhydrit, phtalic anhydrit, tetrahydrophthalic anhydrit, trimelitic anhydrit, hexahydrophthalic anhydrit, metylhexahydrophthalic anhydrit, 3, 3', 4,4'-benzophenonetetracarboxylic dianhydrit và pyromelitic dianhydrit. Các hỗn hợp của các anhydrit có thể được sử dụng.

Các loại rượu thích hợp có thể bao gồm các loại rượu mạch thẳng, mạch vòng hoặc các phân nhánh. Các loại rượu có thể là rượu béo, thơm hoặc vòng béo tự nhiên. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ glycol và mono-epoxit được nhằm bao gồm các chế phẩm chứa không nhiều hơn hai nhóm rượu đối với một phân tử có thể được phản ứng với carboxylic axit hoặc các chức anhydrit dưới nhiệt độ 150°C.

Các mono-epoxit thích hợp có thể bao gồm các glycidyl este của các monocarboxylic axit được phân nhánh. Tiếp theo, các alkylen oxit như etylen oxit hoặc propylen oxit có thể được sử dụng. Các glycol thích hợp có thể bao gồm, ví dụ etylen glycol và polyetylen glycol, propylen glycol và polypropylen glycol và 1,6-hexanediol. Các hỗn hợp của các glycol có thể được sử dụng.

Các polyeste không axit có thể được tạo ra, ví dụ, bằng cách phản ứng trong một hoặc một số bước, trimelitic anhydrit (TMA) với các glycidyl este của các monocarboxylic axit được phân nhánh theo tỷ lệ mol là từ 1:1,5 đến 1:3, nếu muốn với sự trợ giúp của chất xúc tác este hóa như thiếc octoat hoặc benzyl đimetyl amin ở các nhiệt độ 50-150°C. Ngoài ra, trimelitic anhydrit có thể được phản ứng với 3 mol tương đương của rượu một lần như 2-ethylhexanol.

Theo cách khác, trimelitic anhydrit (1 mol) có thể được phản ứng lần đầu với glycol hoặc glycol monoalkyl ete như etylen glycol monobutyl ete theo tỷ lệ mol là từ 1:0,5 đến 1:1, sau đó sản phẩm được cho phản ứng với 2 mol glycidyl este của các monocarboxylic axit được phân nhánh. Hơn nữa, polycarboxylic axit anhydrit

tức là loại chứa hai hoặc ba chức carboxyl đối với một phân tử) hoặc hỗn hợp của các polycarboxylic axit anhydrit có thể được phản ứng lần đầu đồng thời với glycol, như 1,6-hexan diol và/hoặc glycol mono-ete và monoepoxit, sau đó sản phẩm có thể được phản ứng lần đầu với các mono-epoxit nếu muốn. Đối với các chế phẩm nước này, polyeste không axit cũng có thể được cải biến với các polyamin như dietylen triamin để tạo các amit polyeste. Các polyeste "được cải biến amin" này có thể được kết hợp thành các sản phẩm cộng amin mạch thẳng hoặc được phân nhánh như được mô tả trên để tạo các este sản phẩm cộng amin tự hóa rắn.

Các polyeste không axit của các dạng được mô tả trên thường là hòa tan trong các dung môi hữu cơ và thường có thể được trộn một cách dễ dàng với nhựa tạo màng chính được mô tả trên.

Các polyeste thích hợp để sử dụng trong hệ nước hoặc các hỗn hợp của các chất liệu phân tán trong nước thương khi có các loại nhựa bao gồm các nhóm muối cation.

Theo một số phương án, các tác nhân hóa rắn polyisoxyanat thường được sử dụng kết hợp với các polyme tạo màng chính cation ở mức $\geq 5\%$ trọng lượng tính theo tổng lượng nhựa rắn của bề mặt điện. Theo các phương án khác, các tác nhân hóa rắn polyisoxyanat thường được sử dụng kết hợp với các polyme cation tạo màng chính ở mức $< 60\%$ trọng lượng tính theo tổng lượng nhựa rắn của bề mặt điện. Theo các phương án khác nữa, lượng polyme tạo màng chính có thể nằm trong khoảng giữa sự kết hợp bất kỳ các giá trị, được nêu trong các câu trên, kể cả các giá trị được nêu. Ví dụ, các tác nhân hóa rắn polyisoxyanat có thể được sử dụng kết hợp với các polyme cation tạo màng chính ở mức nằm trong khoảng từ 20% đến 50% trọng lượng tính theo tổng lượng nhựa rắn của bề mặt điện.

Theo một số phương án, tác nhân hóa rắn có thể được sử dụng trong chế phẩm màng điện là tác nhân hóa rắn tức là được mô tả trong các patent Mỹ số số 5,902,473, được kết hợp ở đây để tham chiếu.

Cần phải hiểu rằng, các người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật này có thể xác định tác nhân hóa rắn thích hợp đối với polyme tạo màng chính cụ thể trên cơ sở tính chức của polyme tạo màng chính.

Theo các phương án cụ thể, ít nhất một phần của tác nhân hóa rắn được liên kết hóa học với polyme tạo màng chính. Theo các phương án khác, tác nhân hóa rắn là không liên kết hóa học với polyme tạo màng chính và được bổ sung như là chất phụ gia vào chế phẩm mạ điện.

Thành phần thứ hai (chất mang nghiền) của bề mạ điện thường bao gồm chế phẩm bột màu (bột nhão nhuộm màu) có thể có một hoặc một số chất tạo màu, polyme phân tán trong nước và một cách tùy ý các chất phụ gia như các chất hoạt tính bề mặt, các tác nhân làm ướt, các chất xúc tác, các chất trợ giúp phân tán hoặc hỗn hợp của chúng. Cần lưu ý rằng, polyme phân tán trong nước của chất mang nghiền có thể hoặc là giống hoặc là khác với polyme tạo màng chính trong hỗn hợp nhựa. Chế phẩm bột màu được sử dụng làm chất mang nghiền có thể là loại thông thường bao gồm các chất tạo màu ví dụ như, các sắt oxit, stronti cromat, than đen, bột than, titan đioxit, đá tan, bari sulfat cũng như các bột màu như cadimi vàng, cadimi đỏ, cromi vàng và các loại tương tự. Theo một số phương án, chế phẩm tạo màu có thể bao gồm các chất tạo màu hữu hiệu như, nhưng không bị hạn chế, các chất tạo màu dẫn điện và/hoặc các chất tạo màu biến màu do ánh sáng. Hàm lượng chất tạo màu của chất phân tán thường được thể hiện như tỷ lệ chất tạo màu đối với nhựa. Trong thực tế của sáng chế, khi chất tạo màu được sử dụng, tỷ lệ chất tạo màu với nhựa thường nằm trong khoảng từ 0,02:1 đến 1:1. Các chất phụ gia khác được nêu trên thường là chất phân tán ở mức khoảng từ 0,01% đến 3% trọng lượng tính theo tổng lượng nhựa chất rắn.

Các thành phần thứ nhất và thứ hai của bề mạ điện được phân tán cùng nhau trong môi trường nước bao gồm nước và thường là các dung môi kết hợp để tạo thành bề mạ điện. Các dung môi kết hợp hữu ích có thể được sử dụng trong bề mạ bao gồm, nhưng không bị giới hạn, các hydrocacbon, các loại rượu, các este, các ete và/hoặc các keton. Theo một phương án, các dung môi kết hợp bao gồm các loại

rượu, các polyol và các keton. Các dung môi kết hợp cụ thể bao gồm isopropanol, butanol, 2-ethylhexanol, isophoron, 2-metoxypentanon, etylen và propylen glycol và monoethyl, monobutyl và các monohexyl ete của etylen glycol. Theo các phương án cụ thể, lượng dung môi kết hợp được sử dụng trong bề mặt điện là $\geq 0,01\%$ trọng lượng trên cơ sở tổng trọng lượng của dung môi dạng nước được sử dụng tạo bề mặt điện. Theo các phương án khác, lượng dung môi kết hợp được sử dụng trong bề mặt điện là $< 25\%$ trọng lượng tính theo tổng lượng của dung môi dạng nước được sử dụng tạo bề mặt điện. Theo các phương án khác nữa, lượng dung môi kết hợp được sử dụng trong bề mặt điện có thể nằm trong khoảng giữa sự kết hợp bất kỳ của các giá trị được nêu trong các câu trên, kể cả các giá trị được nêu. Ví dụ, theo một phương án, lượng dung môi kết hợp được sử dụng trong bề mặt điện có thể nằm trong khoảng từ 0,05% đến 5% trọng lượng tính theo tổng lượng của dung môi dạng nước được sử dụng tạo bề mặt điện.

Như được nêu trên, theo các phương án cụ thể, guanidin vòng có thể ở dạng chất phụ gia, tức là được bổ sung vào chế phẩm bề mặt điện. Theo một số phương án, chất phụ gia được bổ sung là "không pha", tức là được bổ sung trực tiếp vào chế phẩm bề mặt điện mà trước đó không trộn hoặc phản ứng với các thành phần khác bao gồm chế phẩm bề mặt điện. Ví dụ, theo một số phương án, chất phụ gia được bổ sung "không pha" vào bề mặt điện và/hoặc vào các thành phần được sử dụng để tạo bề mặt điện (ví dụ, trộn nhựa và/hoặc Chất mang nghiền). Theo các phương án khác, chất phụ gia được bổ sung vào dung môi dạng nước trước khi dung môi dạng nước được bổ sung vào bề mặt điện. Ví dụ, chất phụ gia có thể được bổ sung vào dung môi dạng nước, được bổ sung vào bề mặt điện, sau khi bề mặt điện đã được chuẩn bị (tức là, sau khi được bổ sung). Theo một số phương án, chất phụ gia được bổ sung "không pha" vào hỗn hợp nhựa và/hoặc vào chất mang nghiền sau hỗn hợp nhựa và/hoặc chất mang nghiền được phân tán vào dung môi dạng nước. Nói cách khác, chất phụ gia có thể được bổ sung vào hỗn hợp nhựa và/hoặc to Chất mang nghiền trước khi tạo bề mặt điện. Việc điều chế chất phụ gia sẽ được mô tả chi tiết hơn trong phần các Ví dụ dưới đây.

Theo các phương án cụ thể, chất phụ gia được bổ sung vào chế phẩm mạ điện bao gồm sản phẩm phản ứng của guanidin vòng và thành phần đơn chức. Các thành phần đơn chức thích hợp bao gồm, nhưng không bị hạn chế, thành phần mono-glycidyl như phenol glycidal ete, 2 ethylhexyl glycidal ete, decanoic axit glycidyl este hoặc hỗn hợp của chúng.

Hơn nữa, theo một số phương án, guanidin vòng của sáng chế được kết hợp thành hỗn hợp nhựa và/hoặc chất mang nghiền như một phần của hỗn hợp bao gồm guanidin vòng và thành phần bổ sung. Như sẽ được đánh giá là guanidin vòng cũng như thành phần bổ sung đều phản ứng với nhóm chức trên polyme tạo màng chính và/hoặc polyme phân tán trong nước của hỗn hợp nhựa và/hoặc chất mang nghiền tương ứng. Theo một số phương án, thành phần bổ sung là "gói amin" được bổ sung vào hỗn hợp nhựa và/hoặc chất mang nghiền. Như được sử dụng ở đây, cụm từ "gói amin" là chỉ một hỗn hợp của các amin, nhưng không bị hạn chế, các polyamin, các amin bậc nhất, các amin bậc hai, các amin- carbamat, các amin bậc ba hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo các phương án khác, thành phần bổ sung có thể bao gồm sulfua hoặc sự kết hợp bao gói amin và sulfua. Các sulfua thích hợp có thể được sử dụng trong sáng chế bao gồm, nhưng không bị giới hạn, các sulfua chức hydroxy như thiodietanol.

Theo các phương án cụ thể, thành phần bổ sung bao gồm các nhóm chức khác như, nhưng không bị hạn chế, các loại rượu, các amin bậc ba, các uretan, các urê, các ketimin, các carbamat hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo một số phương án, nhóm chức carbamat là sản phẩm phản ứng của polyamin và cacbonat, như cacbonat vòng. Các polyamin thích hợp có thể được sử dụng để tạo carbamat bao gồm, nhưng không bị hạn chế, dietylen triamin, dipropylen triamin, bis-hexametylen triamin, isophoron điamin, 4'-bis-aminoxyclohexylamin, xylylen điamin, N-hydroxyetyl etylen điamin, hexametylen triamin, trisaminoetylamin hoặc hỗn hợp của chúng. Theo các phương án cụ thể, polyamin bao gồm các amin bậc nhất và/hoặc bậc hai. Các cacbonat thích hợp có

thể được sử dụng để tạo carbamat bao gồm, nhưng không bị hạn chế, etylen cacbonat, propylen cacbonat, butylen cacbonat hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo một số phương án, thành phần bổ sung bao gồm sản phẩm phản ứng của polyamin và cacbonat. Các polyamin và các cacbonat được nêu trong các phần trên là thích hợp để sử dụng trong việc tạo ra sản phẩm phản ứng. Theo các phương án cụ thể, polyamin bao gồm amin bậc nhất và amin bậc hai. Theo một số phương án, ít nhất một phần amin bậc nhất của polyamin được phản ứng với cacbonat vòng để tạo carbamat.

Theo một số phương án, guanidin vòng chỉ là thành phần của hỗn hợp phản ứng với polyme của hỗn hợp nhựa và/hoặc Chất mang nghiền.

Như được nêu trên, theo các phương án cụ thể, guanidin vòng có thể được kết hợp thành polyme, như polyme tạo màng chính và/hoặc polyme phân tán trong nước chất mang nghiền của chế phẩm mạ điện. Để đơn giản, polyme tạo màng chính và polyme phân tán trong nước của chất mang nghiền thường sẽ được gọi như là "polyme". Ví dụ, guanidin vòng có thể được kết hợp thành polyme qua phản ứng giữa guanidin vòng và nhóm chức trên polyme. Theo một số phương án, guanidin vòng được kết hợp thành polyme chức epoxy nhờ phản ứng với nhóm chức epoxy trên polyme. Việc điều chế polyme bằng cách kết hợp guanidin vòng sẽ được mô tả chi tiết hơn theo các Ví dụ trong phần dưới đây.

Theo một số phương án của sáng chế, sản phẩm phản ứng polyme của guanidin vòng và polyme có thể được cation hóa và phân tán trong nước theo các phương pháp khác nhau. Ví dụ, theo một số phương án, sản phẩm phản ứng của polyme và guanidin vòng được đảm bảo bởi cation và phân tán trong nước bằng cách trung hòa ít nhất một phần các gốc guanidin vòng được liên kết với polyme bởi axit như axit lactic, axit axetic, axit sulfamic formic, axit phosphoric, axit metansulfonic, axit para toluensulfonic, axit đimetylpropionic, các axit khác hoặc hỗn hợp của chúng. Theo một số phương án, polyme được đảm bảo cation và phân tán trong nước bởi sự trung hòa ít nhất một phần các amin được liên kết với polyme có axit (tức là, các vòng guanidin không được trung hòa). Theo các phương án khác

nữa, polyme được đảm bảo cation và phân tán trong nước bằng cách trung hòa ít nhất một phần các guanidin vòng và ít nhất một phần các amin, từng phần được liên kết với polyme bởi axit.

Như được nêu trên, theo các phương án cụ thể của sáng chế, tác nhân hóa rắn tức được sử dụng trong chế phẩm mạ điện bao gồm sản phẩm phản ứng của guanidin vòng và isoxyanat. Theo một số phương án, isoxyanat bao gồm isoxyanat béo, isoxyanat thơm hoặc hỗn hợp của chúng. Một lợi ích tiềm tàng của các phương án này là sự kết hợp của guanidin vòng thành tác nhân hóa rắn tạo chất xúc tác hóa rắn bị che. Nói cách khác, trước khi gia nhiệt cho tác nhân hóa rắn, guanidin vòng được nhả ra từ tác nhân hóa rắn và được sử dụng để xúc tác quá trình hóa rắn chế phẩm mạ điện.

Hơn nữa, theo một số phương án, guanidin vòng được sử dụng để che ít nhất một phần tác nhân hóa rắn. Do đó, cần phải hiểu rằng một khi tác nhân hóa rắn được mở ra (tức là, guanidin vòng không còn che tác nhân hóa rắn), tác nhân hóa rắn có thể phản ứng với các nhóm chức trên polyme tạo màng chính, nhờ đó hóa rắn polyme tạo màng chính trong khi guanidin vòng xúc tác quá trình hóa rắn.

Như được nêu trên, theo các phương án cụ thể, chất phụ gia xử lý vết lõm có thể được kết hợp vào chế phẩm mạ điện, có thể bao gồm guanidin vòng. Các chất phụ gia xử lý vết lõm thích hợp bao gồm, nhưng không bị hạn chế, các chất liệu được nêu trong các patent Mỹ số 4,420,574, 4,423,166, và 4,423,850, được kết hợp ở đây để tham chiếu. Ví dụ, theo một số phương án, guanidin vòng có thể được sử dụng thay cho ít nhất một phần các amin được sử dụng để tạo chất phụ gia xử lý vết lõm.

Như được nêu trên, theo một số phương án, gel tế vi có thể được kết hợp thành chế phẩm mạ điện, có thể bao gồm guanidin vòng. Gel tế vi thích hợp có thể được sử dụng như được mô tả trong patent Mỹ số 5,096,556, được kết hợp ở đây để tham chiếu. Ví dụ, theo các phương án cụ thể, guanidin vòng có thể được sử dụng thay cho ít nhất một phần các amin được sử dụng để tạo gel tế vi.

Chế phẩm mạ điện của sáng chế có thể được mạ lên một số nền. Do đó, sáng chế còn đề cập đến nền được phủ ít nhất một phần bởi chế phẩm mạ điện được mô tả ở đây. Cần phải hiểu rằng, chế phẩm mạ điện có thể được mạ lên nền như một lớp mạ hoặc như một lớp phủ trong composit phủ nhiều lớp. Các ví dụ không bị giới hạn của nền thích hợp có thể bao gồm kim loại, hợp kim và/hoặc nền được kim loại hóa như tấm nền được mạ niken. Ví dụ, kim loại hoặc hợp kim có thể bao gồm nhôm và/hoặc thép. Theo một phương án, thép có thể là thép cán nguội, thép mạ điện và thép mạ nhúng nóng. Theo một phương án, ít nhất một phần bề mặt kim loại trên đó lớp mạ được phủ lên được xử lý sơ bộ bằng phosphat như kẽm phosphat. Theo các phương án cụ thể, nền được phủ có thể bao gồm một phần tấm mạ như thân thiết bị (ví dụ, nhưng không bị hạn chế, cửa, tấm khung, tấm nắp máy, tấm trần, nắp mui xe và/hoặc mui xe) và/hoặc khung xe. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ "phương tiện giao thông" hoặc các phương án biến đổi của nó bao gồm, nhưng không bị giới hạn, các xe dân sự, xe thương mại và xe bộ binh như ô tô và xe tải.

Hơn nữa, chế phẩm mạ điện của sáng chế có thể được mạ lên nền để tạo các đặc tính rộng rãi khác nhau như, nhưng không bị giới hạn, độ bền chống ăn mòn, độ bền chống vỡ, tính lấp đầy (tức là, khả năng che khuất dưới độ gồ ghề của nền), độ bền chống bào mòn, hư hỏng do va đập, độ bền chống chảy và/hoặc chịu nhiệt, độ bền hóa học, độ bền chịu tia hồng ngoại và/hoặc tính nguyên vẹn của kết cấu.

Phụ thuộc vào nền, chế phẩm mạ điện được mạ lên (tức là, được mạ điện) nền bằng cách sử dụng điện áp có thể nằm trong khoảng từ 1 vôn đến vài nghìn vôn. Theo một phương án của sáng chế, điện áp được sử dụng nằm trong khoảng từ 50 vôn đến 500 vôn. Hơn nữa, theo một phương án của sáng chế, mật độ dòng điện thường nằm giữa 0,5 ampe và 5 ampe trên một phút vuông. Tuy nhiên, cần phải hiểu rằng, mật độ dòng điện có xu hướng giảm trong quá trình, là chỉ số tạo màng cách điện.

Sau khi lớp mạ được mạ lên nền qua mạ điện, theo một phương án của sáng chế, lớp mạ được xử lý bằng cách nung nền ở nhiệt độ cao, nằm trong khoảng từ

90°C đến 260°C trong một khoảng thời gian nằm trong khoảng từ 1 phút đến 40 phút.

Như được nêu trên, theo các phương án cụ thể, chế phẩm mạ điện của sáng chế được sử dụng trong một lớp mạ điện, tức là một phần của vật liệu phủ nhiều lớp bao gồm nền có các lớp phủ khác nhau. Các lớp phủ có thể bao gồm lớp xử lý sơ bộ, như lớp phosphat (ví dụ, lớp kẽm phosphat), lớp mạ điện là dạng chế phẩm mạ điện thu được của sáng chế và các lớp phủ trên thích hợp (ví dụ, lớp phủ nền, lớp phủ trong suốt, lớp phủ đơn tạo màu và các chế phẩm composit màu cộng trong suốt). Cần phải hiểu rằng, các lớp phủ trên thích hợp bao gồm lớp phủ bất kỳ được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này và mỗi lớp có thể theo nước, theo dung môi một cách độc lập, ở dạng hạt rắn (tức là, chế phẩm phủ dạng bột) hoặc ở dạng vữa bột. Lớp phủ trên thường bao gồm polyme tạo màng, chất liệu liên kết ngang và nếu được tạo màu lớp phủ nền hoặc lớp phủ đơn bởi một hoặc một số chất tạo màu. Theo một phương án, lớp mạ lót được mạ ở giữa lớp mạ điện và lớp phủ nền. Theo các phương án cụ thể, một hoặc một số lớp mạ trên được mạ lên lớp nằm dưới hầu như không được xử lý. Ví dụ, theo một số phương án, lớp mạ trong suốt được mạ lên ít nhất một phần của lớp mạ nền hầu như không được xử lý (ướt trên ướt) và cả hai lớp được xử lý đồng thời trong quá trình đi ra.

Hơn nữa, theo một số phương án, các lớp mạ trên có thể được mạ trực tiếp lên lớp mạ điện. Nói cách khác, theo một số phương án, nền còn thiếu lớp mạ lót. Ví dụ, theo một số phương án, lớp mạ nền được mạ trực tiếp lên ít nhất một phần của lớp mạ điện.

Cũng cần phải hiểu rằng, theo các phương án cụ thể, các lớp mạ trên có thể được mạ lên lớp phía dưới mặc dù lớp phía dưới không được xử lý hoàn toàn. Ví dụ, lớp phủ trong suốt có thể được mạ lên lớp mạ nền mặc dù lớp mạ nền không chịu bước xử lý. Cả hai lớp sau đó có thể được xử lý trong quá trình của bước xử lý tiếp theo, nhờ đó loại trừ sự cần thiết phải xử lý lớp mạ nền và lớp phủ trong suốt được tách riêng.

Theo các phương án cụ thể, các thành phần bổ sung như các chất tạo màu và các chất độn có thể có trong các chế phẩm phủ khác nhau từ các lớp mạ trên. Các chất tạo màu và các chất độn thích hợp bất kỳ có thể được sử dụng. Ví dụ, chất tạo màu có thể được bổ sung vào lớp mạ ở dạng thích hợp bất kỳ, như các hạt phân tán, các chất phân tán, các dung dịch và/hoặc các lớp vảy mỏng. Chất tạo màu đơn hoặc một hỗn hợp của hai hoặc nhiều hơn các chất tạo màu có thể được sử dụng trong các lớp phủ của sáng chế. Cần lưu ý rằng, thông thường, chất tạo màu có thể có trong một lớp của composit nhiều lớp theo một lượng bất kỳ đủ để tạo được đặc tính mong muốn, có hiệu quả về quan sát và/hoặc tạo màu.

Một phương án các chất tạo màu bao gồm các chất tạo màu, các loại thuốc nhuộm và các chất tạo sắc tố như các chất tạo màu được sử dụng trong công nghiệp sơn và/hoặc được nêu trong Dry Color Manufacturers Association (DCMA), cũng như các chế phẩm có hiệu quả đặc biệt. Chất tạo màu có thể bao gồm, ví dụ, bột rắn được phân chia tinh tức là không hòa tan nhưng chịu ướt trong các điều kiện sử dụng. Chất tạo màu có thể là hữu cơ hoặc vô cơ và có thể được kết tụ hoặc không được kết tụ. Các chất tạo màu có thể được kết hợp thành các lớp phủ bằng cách nghiền hoặc đơn giản là trộn. Các chất tạo màu có thể được kết hợp thành bằng cách nghiền thành lớp phủ bằng cách sử dụng chất mang nghiền, như chất mang nghiền acrylic, việc sử dụng là không xa lạ đối với các người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật này.

Phương án chất tạo màu và/hoặc các chế phẩm chất tạo màu bao gồm, nhưng không bị giới hạn, các chất tạo màu thô carbazol dioxazin, azo, monoazo, đisazo, naphtol AS, dạng muối (màu đỏ tía), benzimidazol, sự ngưng tụ, phức chất kim loại, isoindolinon, isoindodin và phtaloxyanin đa vòng, quinacridon, perylen, perinon, diketopyrolo pyrol, thioindigo, antraquinon, indantron, antraprimidin, flavantron, pyrantron, antantron, dioxazin, triarylcacboni, các chất tạo màu quinophtalon, diketopyrolo pyrole đỏ ("DPP đỏ BO"), titan đioxit, than đen, kẽm oxit, antimony oxit, v.v., và các chất tạo màu mờ đục cản quang tử ngoại hữu cơ hoặc vô cơ như sắt oxit, sắt oxit đỏ trong suốt hoặc vàng, phtaloxyanin xanh và các

hỗn hợp của chúng. Các thuật ngữ "chất tạo màu" và "chất độn tạo màu" có thể được sử dụng thay thế lẫn nhau.

Phương án các loại thuốc nhuộm bao gồm, nhưng không bị giới hạn, các loại thuốc nhuộm dạng dung môi và/hoặc dạng nước trên cơ sở các loại thuốc nhuộm axit, các thuốc nhuộm azoic, các thuốc nhuộm basic, các thuốc nhuộm trực tiếp, các thuốc nhuộm phân tán, các thuốc nhuộm hoạt tính, các thuốc nhuộm dung môi, các thuốc nhuộm lưu huỳnh, các thuốc nhuộm mordant, ví dụ, bismut vanadat, anthraquinon, perylen, nhôm, quinacridon, thiazol, thiazin, azo, indigoid, nitro, nitroso, oxazin, phtaloxyanin, quinolin, stilben và triphenyl metan.

Phương án lên màu bao gồm, nhưng không bị giới hạn, các chất tạo màu được phân tán trong các chất mang có thể trộn nước hoặc trên cơ sở nước như AQUA-CHEM 896 khả dụng thương mại từ Degussa, Inc., CHARISMA COLORANTS và MAXITONER INDUSTRIAL COLORANTS khả dụng thương mại từ Accurate Dispersions division of Eastman Chemical, Inc.

Như được lưu ý trên đây, chất tạo màu có thể ở dạng chất phân tán bao gồm, nhưng không bị giới hạn, chất phân tán dạng hạt nano. Các chất phân tán dạng hạt nano có thể bao gồm một hoặc một số chất tạo màu dạng hạt nano được phân tán tốt và/hoặc các hạt tạo màu tạo màu nhìn thấy theo mong muốn và/hoặc độ mờ đục và/hoặc có hiệu quả nhìn thấy. Các chất phân tán dạng hạt nano có thể bao gồm các chất tạo màu như các chất tạo màu hoặc các loại thuốc nhuộm có kích cỡ hạt nhỏ hơn 150nm, như nhỏ hơn 70nm hoặc nhỏ hơn 30nm. Các hạt nano có thể được tạo ra bằng cách nghiền các chất tạo màu hữu cơ hoặc vô cơ bằng chất mang nghiền có kích cỡ hạt nhỏ hơn 0,5mm. Phương án các chất phân tán hạt nano và các phương pháp tạo ra chúng là giống với trong patent Mỹ số 6,875,800 B2, được kết hợp ở đây để tham chiếu. Các chất phân tán hạt nano cũng có thể được tạo ra bằng cách tạo tinh thể, kết tủa, ngưng tụ pha khí và ăn mòn hóa học (tức là, hòa tan một phần). Nhằm tối thiểu hóa sự tái kết tụ các hạt nano trong phạm vi lớp mạ, sự phân tán các hạt nano được phủ nhựa có thể được sử dụng. Như được sử dụng ở đây, cụm từ "sự phân tán các hạt nano được phủ nhựa" là chỉ một pha liên tục trong đó được phân

tán gián đoạn "các hạt tế vi composit" bao gồm hạt nano và lớp phủ nhựa trên hạt nano. Phương án các chất phân tán của các hạt nano được phủ nhựa và các phương pháp tạo ra chúng là giống như trong đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số 10/876,031, được công bố ngày 24/6/2004, được kết hợp ở đây để tham chiếu và đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số 60/482,167, công bố ngày 24/6/2003, cũng được kết hợp ở đây để tham chiếu.

Theo một số phương án, các chế phẩm có hiệu quả đặc biệt có thể được sử dụng trong một hoặc một số lớp của composit lớp mạ nhiều lớp bao gồm các chất tạo màu và/hoặc các chế phẩm tạo một hoặc một số hiệu ứng hình dạng bên ngoài như năng suất phản xạ, độ ống ánh ngũ sắc, độ rực rỡ kim loại, độ tạo lân quang, độ phát huỳnh quang, độ đổi màu theo ánh sáng, độ nhạy cảm ánh sáng, độ đổi màu theo nhiệt độ, độ đổi màu theo góc nhìn và/hoặc sự thay đổi màu sắc. Các chế phẩm có hiệu quả đặc biệt thêm có thể tạo các đặc tính cảm nhận được khác như độ phản xạ, độ chắn sáng hoặc độ mịn. Theo một phương án không bị giới hạn, các chế phẩm có hiệu quả cụ thể có thể tạo sự thay đổi màu như màu của lớp phủ thay đổi khi lớp phủ được nhìn theo các góc khác nhau. Phương án các chế phẩm có hiệu quả màu là giống như trong patent Mỹ số 6,894,086, được kết hợp ở đây để tham chiếu. Các chế phẩm có hiệu ứng màu bổ sung có thể bao gồm mica được phủ trong suốt và/hoặc mica nhân tạo, silic oxit được phủ, alumin được phủ, chất tạo màu tinh thể lỏng trong suốt, lớp phủ tinh thể lỏng và/hoặc chế phẩm bất kỳ, trong đó sự nhiễu do sự khác nhau về chỉ số khúc xạ trong phạm vi chất liệu và không do sự khác nhau về chỉ số khúc xạ giữa bề mặt vật liệu và không khí.

Theo các phương án khác, chế phẩm cảm quang và/hoặc chế phẩm đổi màu theo ánh sáng, thay đổi đảo ngược màu của nó khi bị lộ ra với một hoặc một số nguồn sáng, có thể được sử dụng trong một số lớp trong composit nhiều lớp. Các chế phẩm đổi màu theo ánh sáng và/hoặc cảm quang có thể được kích hoạt bằng cách để lộ ra với bức xạ có bước sóng cụ thể. Khi chế phẩm bị kích thích, kết cấu phân tử bị thay đổi và biến đổi kết cấu thể hiện màu mới, tức là khác với màu ban đầu của chế phẩm. Khi không còn để lộ ra với sự bức xạ, chế phẩm đổi màu theo ánh sáng và/hoặc nhạy cảm ánh sáng có thể quay trở lại trạng thái không bị kích

hoạt, trong đó màu ban đầu của chế phẩm quay trở lại. Theo một phương án không bị giới hạn của sáng chế, chế phẩm thay đổi màu theo ánh sáng và/hoặc nhạy cảm ánh sáng có thể là không màu ở trạng thái không được kích thích và thể hiện màu ở trạng thái được kích thích. Sự thay đổi màu hoàn toàn có thể xuất hiện trong phạm vi từ các mili giây đến vài phút như từ 20 giây đến 60 giây. Phương án các chế phẩm thay đổi màu theo ánh sáng và/hoặc nhạy cảm ánh sáng bao gồm các loại thuốc nhuộm thay đổi màu theo ánh sáng.

Theo các phương án cụ thể, chế phẩm nhạy cảm ánh sáng và/hoặc chế phẩm biến đổi màu theo ánh sáng có thể được liên kết với và/hoặc ít nhất một phần được liên kết như theo liên kết đồng hóa trị polyme và/hoặc các chất liệu polyme của thành phần trùng hợp được. Khác với một số lớp mạ, trong đó chế phẩm nhạy cảm ánh sáng có thể đi ra khỏi lớp mạ và tạo tinh thể trên nền, chế phẩm nhạy cảm ánh sáng và/hoặc chế phẩm biến đổi màu theo ánh sáng được kết hợp với và/hoặc ít nhất một phần được liên kết với polyme và/hoặc thành phần trùng hợp được theo một phương án không bị giới hạn của sáng chế, có sự đi ra tối thiểu của lớp mạ. Một phương án của các chế phẩm nhạy cảm ánh sáng và/hoặc các chế phẩm biến đổi màu theo ánh sáng và các phương pháp tạo ra chúng là giống như trong đơn yêu cầu cấp patent Mỹ số 10/892,919 được công bố ngày 16/7/2004 được kết hợp ở đây để tham chiếu.

Trong khi các phương án cụ thể của sáng chế được mô tả chi tiết, sẽ được đánh giá bởi các người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật này là các phương án cải biến khác nhau và các thay đổi đối với các chi tiết này có thể được đề xuất theo ánh sáng của toàn bộ học thuyết được nêu. Do đó, các kết cấu cụ thể được mô tả có nghĩa là chỉ có tính minh họa và không bị giới hạn bởi phạm vi sáng chế được nêu đối với toàn bộ các điểm theo Yêu cầu bảo hộ kèm theo và tất cả các sự tương đương của chúng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

(a) Nhựa mạ điện chưa được phân tán

A	EPON 880 ¹	1103,88
	Bisphenol A	402,83
	Metyl isobutyl keton	168,60
B	Etyltriphenyl phosphoni iôđit	1,45
C	Tác nhân liên kết ngang ²	961,62
D	Diethanol amin	18,94
E	Diketimin ³	97,64
F	Butylcarbitol formal	294,91
	Metyl isobutyl keton	92,34
G	Chất phụ gia epoxy ⁴	790.10

1. Nhựa epoxy khả dụng từ Hexion Specialty Chemicals
2. Tác nhân liên kết ngang được tạo ra từ phản ứng Hexametylen triamin và propylen cacbonat có 70% chất rắn trong MIBK
3. MIBK diketimin của diethylen triamin ở 72,7% trong MIBK
4. Chất phụ gia epoxy được tạo ra nhờ phản ứng EPON 880 với từ BPA đến EEW 935 và and amin hóa với diethanol amin và ketimin.

Quy định: Tất cả trọng lượng tính bằng gam. Các mục ghi ở A và B được nạp vào 4 bình thót cổ tròn, có lắp thiết bị khuấy, đầu dò nhiệt độ, phủ lớp N₂ và được đốt nóng đến 130°C. Hỗn hợp tỏa nhiệt. Bắt đầu 1 giờ giữ ở nhiệt độ 145°C. Định tỏa nhiệt là 146°C và nhiệt độ được hạ xuống đến 145°C. Sau 1 giờ, phản ứng được làm nguội đến 110°C và việc nạp C, D và E được bổ sung. Hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ 115°C trong hai giờ. Sau đó việc nạp F được bổ sung và hỗn hợp được giữ trong 30 phút. Việc nạp G sau đó được bổ sung và hỗn hợp được giữ thêm 30 phút.

Ví dụ 2

(a) tác nhân liên kết ngang A

#	Các chất liệu	Gam
1	Isoxyanat ¹	1876,00
2	Đibutyl thiếc đilaurat	0,35
3	Metyl isobutyl keton (mibk)	21,73

4	Dietylenglycol monobutyl ete	454,24
5	Etylenglycol monobutyl ete	1323,62
6	Metylisobutyl keton (mibk)	296,01

1. Rubinate M, khả dụng từ Huntsman Corporation

Quy định: Tất cả trọng lượng tính bằng gam. Các mục 1, 2 và 3 được nạp vào 4 bình đáy tròn cổ thót, có lắp thiết bị khuấy, đầu dò nhiệt độ và phủ một lớp nitơ. Việc nạp chế phẩm ở mục 4 được bổ sung chậm, cho phép nhiệt độ tăng lên đến 60°C. Hỗn hợp sau đó được bổ sung ở nhiệt độ 60°C trong 30 phút. Việc nạp chế phẩm ghi ở mục 5 sau đó được bổ sung trong khoảng 2 giờ cho phép nhiệt độ tăng lên đến nhiệt độ tối đa 110°C. Việc nạp chế phẩm ghi ở mục 6 sau đó được bổ sung và hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ 110°C cho đến khi quang phổ hồng ngoại chỉ ra là không còn isoxyanat dư.

Ví dụ 3

(a) Nhựa cation

#	Chất liệu	Gam
1	EPSON 828 ¹	614,68
2	Bisphenol A	265,42
3	MACOL 98 A MOD 1 ²	125,0
4	Metylisobutyl keton (mibk)	31,09
5	Etyltriphenyl phosphoni iot	0,60
6	MACOL 98 A MOD 1 ²	125,00
7	Metylisobutyl keton (mibk)	52,05
8	Ví dụ 2, tác nhân liên kết ngang	719,67
9	Ketimin ³	57,01
10	N-metyl etanolamin	48,68
11	Axit sulfamic	19,36
12	H ₂ O	573,84
13	H ₂ O	657,65
14	H ₂ O	550,0

1. Nhựa epoxy khả dụng từ Hexion Specialty Chemicals.

2. Sản phẩm cộng bisphenol oxit etylen khả dụng từ BASF Corporation.

3. MIBK diketimin của dietylen triamin ở mức 72,7% trong MIBK.

Quy định: Tất cả trọng lượng tính bằng gam. Các mục 1, 2, 3, 4 và 5 được nạp vào 4 bình đáy tròn cổ thót, có lắp thiết bị khuấy, đầu dò nhiệt độ, phủ một lớp nitơ và được đốt nóng đến nhiệt độ 130°C. Hỗn hợp tỏa nhiệt đến nhiệt độ khoảng 150°C. Nhiệt độ được cho phép hạ xuống đến 145°C và được giữ ở nhiệt độ này trong 2 giờ. Việc nạp các chế phẩm ghi ở mục 6 và 7 sau đó được bổ sung. Việc nạp các chế phẩm ghi ở các mục 8, 9 và 10 được bổ sung và hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ 122°C trong hai giờ. 877g của hỗn hợp phản ứng được rót vào dung dịch của các mục 11 và 12 được khuấy tốt. Chất phân tán thu được được trộn trong ba mươi phút và sau đó chế phẩm ghi ở mục 13 được bổ sung có khuấy trong khoảng 30 phút và được trộn tốt. Chế phẩm được ghi ở mục 14 được bổ sung và được trộn tốt. Khoảng 600 g nước và dung môi được tinh lọc trong chân không ở nhiệt độ 60-65°C. Chất phân tán dạng nước thu được có hàm lượng chất rắn là 38,80%.

Ví dụ 4

(a) chất phụ gia

#	Mô tả	Trọng lượng (gam)
1	1,5,7-triazabixyclo (4.4.0)dec-5-ene	50,00
2	Toluen	150,00
3	2-ethyl hexyl glycidyl ete	79,2

Quy định: Tất cả trọng lượng tính bằng gam. Các mục 1 và 2 được nạp dưới lớp mạ nitơ N₂ vào bình đáy tròn thót cổ được lắp thiết bị khuấy, thiết bị ngưng tụ và đầu dò nhiệt độ. Hỗn hợp được đốt nóng đến nhiệt độ 60°C. Chế phẩm ghi ở mục 3 được bổ sung kiểu nhỏ giọt trong 30 phút. Hỗn hợp sau đó được cho chảy ngược và được giữ cho chảy ngược trong một giờ. Sau đó toluen được loại bỏ bằng cách sử dụng trước hết là chung cất thông thường, tiếp theo là chung cất chân không ở nhiệt độ 60°C. Sản phẩm cuối cùng theo lý thuyết 100% không bay hơi.

Ví dụ 5

(a) Isoxyanat bị che

#	Chất liệu	Trọng lượng
1	Rubinat	402,00
2	Đibutyl thiếc đilaurat	0,08
3	Mibk	45,00
4	Diethylenglycol monobutyl ete	97,34
5	Etylen glycol monobutyl ete	207,41
6	1, 5, 7-triazabixyclo (4,4,0)đec-5-ene	81,01
7	Mibk	23,42
	Tổng cộng	856,26

1. Polyme isoxyanat khả dụng từ Huntsman Corp.

Quy định: Tất cả trọng lượng tính bằng gam. Các mục 1, 2 và 3 được nạp vào 4 bình đáy tròn cổ thót, có lắp thiết bị khuấy, đầu dò nhiệt độ and phủ một lớp nitor. Chế phẩm được ghi ở mục 4 được bổ sung từ từ cho phép nhiệt độ tăng lên đến 60°C. Hỗn hợp sau đó được bổ sung ở nhiệt độ 60°C trong 30 phút. Việc nạp chế phẩm ghi ở mục 5 sau đó được bổ sung trong khoảng 1 giờ cho phép nhiệt độ tăng lên đến nhiệt độ tối đa 110°C. Hỗn hợp được giữ trong 30 phút ở nhiệt độ 110°C. Chế phẩm được ghi ở mục 6 sau đó được bổ sung và hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ 110°C cho đến khi quang phổ hồng ngoại chỉ ra không còn isoxyanat dư. Việc đốt nóng được dừng lại; việc nạp chế phẩm ghi ở mục 7 được bổ sung và được trộn kỹ. Sản phẩm cuối cùng được chuẩn độ với 0,2 N HCl và nhận thấy chứa 0,736 meq. kiềm trên một gam nhựa.

Ví dụ 6

(a) nhóm kết quả xử lý 1

Trong các ví dụ xử lý sau, các loại nhựa được tạo ra không phân tán trong dung môi, được trộn với tác nhân liên kết ngang (phương án xử lý A và B) và chất xúc tác được khuấy cho đến khi đồng đều và để lắng đọng qua một đêm. Các lớp mạ sau đó được mạ lên bằng cách sử dụng Bird Bar applicator có chiều dày màng xấp xỉ 25 micron. Các tấm sau đó cho phép chiếu ở nhiệt độ trong phòng trong ít nhất là 1 giờ, sau đó được xử lý trong lò điện ở nhiệt độ và theo gian được chỉ ra. Các tấm được thử nghiệm để xử lý bởi các gờ đúp axeton sử dụng ASTM D5402-6 phương pháp A có các ngoại trừ như sau: Axeton được sử dụng dễ hơn MIBK, không phải lau sạch nước tấm bảng, 100 gờ đúp được tạo ra sử dụng vải thưa và đồng hồ tốc độ như được liệt kê sau đây.

1 – qua nền là < 50
2 – qua 50-100 gờ
3 – làm hư hỏng nghiêm trọng. Làm xước kim loại một cách dễ dàng
4 – làm hư hỏng nghiêm trọng chỉ trên vùng bị cọ xát. Có thể làm xước kim loại
5 – tạo vết trên vùng cọ xát, có thể gây xước kim loại
6 – tạo vết đồng đều giữa vùng bị cọ xát, khó nhưng có thể làm xước kim loại
7 – tạo vết không đồng đều trên vùng bị cọ xát, có thể không gây xước kim loại
8 – tạo một vết rất nhỏ trên vùng bị cọ xát, có thể không gây xước kim loại
9 – gây xước nhẹ vùng bị cọ xát, có thể không gây xước kim loại
10 – không nhìn thấy vết hư hỏng

	Chất mang chính	Tác nhân liên kết ngang	Chất xúc tác	Độ kháng dung môi	
Phương án xử lý			% RS	Axeton DR	Axeton DI
				160C/30'	177CF/30

A	Nhựa như trong Ví dụ 3, nhưng không được phân tán và không có tác nhân liên kết ngang (mục 8, chế phẩm nhân tạo và hoàn toàn không có axit hoặc nước (các mục từ 11 đến 14). Nhựa được pha loãng đến 65% chất rắn với propylen glycol metyl ete, sau đó bổ sung 1,6% nước	Polyme MDI, 10 chế phẩm tương đương (tính chức 2,7) được phản ứng với 2 chế phẩm tương đương của etylen glycol butyl ete và 8 chế phẩm tương đương của dietylen glycol butyl ete. Được trộn với MV để tạo 35% tác nhân liên kết ngang đối với nhựa rắn. Các tác nhân liên kết ngang uretan bị che được sử dụng ở mức 65% chất rắn trong MIBK.	Đibutyl thiếc đilaurat, 0,76% Sn trên nhựa rắn		
B	Nhựa như trong Ví dụ 3, nhưng không được phân tán và không có tác nhân liên kết ngang (mục 8 chất nhân tạo) và không có axit	Polyme MDI, 10 chất tương đương (tính chức 2,7) được phản ứng với 2 chất tương đương của etylen glycol butyl ete và 8 chất tương đương của dietylen glycol butyl ete. Được trộn với MV để tạo thành 35% tác nhân liên kết ngang trên các nhựa	BCG-2EH GE (chất phụ gia từ Ví dụ 2), 0,75% BCG trên tổng nhựa rắn		

	bất kỳ hoặc nước (các mục từ 11 đến 14). Nhựa được pha loãng đến 65% chất rắn bởi propylen glycol metyl ete, sau đó được bổ sung 1,6% nước.	rắn. Các tác nhân liên kết ngang uretan bị che được sử dụng ở 65% chất rắn trong MIBK.			
C	Nhựa trong Ví dụ 3, nhưng không được phân tán và không có tác nhân liên kết ngang (mục 8 về chất nhân tạo) và không có axit bất kỳ hoặc nước (các mục từ 11 đến 14). Nhựa được pha loãng đến 65% chất rắn bởi propylen glycol metyl ete, sau đó được bổ sung 1,6% nước.	Polyme MDI, 10 được phản ứng với ete etylen glycol monobutyl ete 1, 5, 7-triazabicyclo(4.4.0)dec-5-ene (BCG). Được trộn với MV để tạo thành 35% tác nhân liên kết ngang trên các nhựa rắn. Các tác nhân liên kết ngang uretan bị che được sử dụng ở 65% chất rắn trong MIBK.			

D	Nhựa như trong Ví dụ 3, nhưng không được phân tán và không có tác nhân liên kết ngang (mục 8, chế phẩm nhân tạo và hoàn toàn không có axit hoặc nước (các mục từ 11 đến 14). Nhựa được pha loãng đến 65% chất rắn với propylen glycol metyle, sau đó bổ sung 1,6% nước	Polyme MDI, 10 chất tương đương (tính chức 2,7) được phản ứng với 10 chất tương đương caprolactam. Được trộn với MV để tạo thành 35% tác nhân liên kết ngang trên các nhựa rắn.	BCG-2EH GE (chất phụ gia từ Ví dụ 2), 0,75% BCG trên tổng nhựa rắn		
E**	Nhựa như trong Ví dụ 3, nhưng không được phân tán và không có tác nhân liên kết ngang (mục 8, chế phẩm nhân tạo và hoàn toàn không có axit	Uretan được che đa chức được tạo ra từ 24,6 phần ketoxim, 12,6 phần TMP, 62,7 phần IPDI. Được trộn với MV để tạo 35% tác nhân liên kết ngang trên các nhựa rắn.	BCG được phản ứng thành nhựa, 0,75% trên tổng nhựa rắn.		

	hoặc nước (các mục từ 11 đến 14). Nhựa được pha loãng đến 65% chất rắn với propylen glycol metyle, sau đó bổ sung 1,6% nước				
F	Nhựa không được phân tán được tổng hợp như trong Ví dụ 1 với tác nhân liên kết ngang carbamat liên khối, 71% chất rắn trong dung môi MIBK có 1,2% nước được bổ sung vào dung dịch nhựa	Carbamat béo liên khối trong nhựa	Dibutyl thiếc đilaurat 0,76% Sn trên các nhựa rắn		
G	Nhựa không được phân tán được tổng hợp như trong Ví dụ 1 với tác nhân liên kết ngang	Carbamat béo liên khối trong nhựa	BCG-2EH GE (chất phụ gia từ Ví dụ 4), 0,75% BCG trên		

	carbamat liên khối, 71% chất rắn trong dung môi MIBK có 1,2% nước được bổ sung vào dung dịch nhựa		tổng nhựa rắn BCG-2EH GE (chất phụ gia từ Ví dụ 2), 0,75% BCG trên tổng nhựa rắn		
H	Nhựa không được phân tán được tổng hợp như trong Ví dụ 1 với tác nhân liên kết ngang carbamat liên khối, 71% chất rắn trong dung môi MIBK có 1,2% nước được bổ sung vào dung dịch nhựa. Nhựa không được phân tán được tổng hợp như trong Ví dụ 1 với tác nhân liên kết ngang carbamat liên	Carbamat béo liên khối trong nhựa	BCG-2EH GE (chất phụ gia từ Ví dụ 2), 1,5% BCG trên tổng nhựa rắn		

	khối, 71% chất rắn trong dung môi MIBK có 1,2% nước được bổ sung vào dung dịch nhựa				
--	---	--	--	--	--

BCG= ,5,7-triazabixyclo(4.4.0)dec-5-ene

*Cả 100 ADR không được xử lý hữu hiệu ở 135C 30'

Ví dụ 7

(a) Nhựa cation

#	Chất liệu	Thành phần
1	EPON 828 ¹	1023
2	Sản phẩm cộng bisphenol A-etylen oxit	365
3	Bisphenol A	297
4	2-butoxyetanol	187,2
5	Benzyldimetylamin	1,4
6	Benzyldimetylamin	3,0
7	Điketimin ¹	182,3
8	N-metyletanolamin	85,2
9	Axit sulfamic	171,1
10	Nước được khử ion	1065,9
11	Nước được khử ion	735,9
12	Nước được khử ion	1156,4
13	Nước được khử ion	867,3

1. Xem Ví dụ 1

Các chất liệu #1 -4 (EPON 828, sản phẩm cộng bisphenol A-etylen oxit, bisphenol A và 2-butoxyetanol) được nạp vào bình phản ứng và được đốt nóng trong môi trường nitơ đến nhiệt độ 125°C. Phần thứ nhất của benzyldimetylamin, chất lỏng #5 được bổ sung và phản ứng được cho phép được tỏa nhiệt đến xấp xỉ 180°C. Khi phản ứng đạt đến nhiệt độ 160°C, thời gian giữ ở nhiệt độ đó một giờ được bắt đầu. Sau đỉnh tỏa nhiệt, nhựa được cho phép làm nguội trở lại đến nhiệt độ 160°C, việc giữ ở nhiệt độ đó được tiếp tục. Sau khi giữ phản ứng, tiếp đó được làm nguội đến nhiệt độ 130°C và phần thứ hai benzyldimetylamin chất liệu #6, được bổ sung. Phản ứng được giữ ở nhiệt độ 130°C cho đến khi trọng lượng tương đương epoxy ngoại suy là 1070. Ở trọng lượng tương đương epoxy được trông đợi các chất liệu 7 và 8 (Điketimin và N-metyletanolamin) được bổ sung lần lượt và hỗn hợp được cho phép tỏa nhiệt ở nhiệt độ khoảng 150°C. Ở đỉnh tỏa nhiệt một giờ giữ được bắt đầu trong khi cho phép phản ứng làm nguội đến nhiệt độ 125°C. Sau một giờ được giữ, nhựa được phân tán trong môi trường chất lỏng bao gồm axit sulfamic và phần thứ nhất của nước được khử ion. Sự phân tán chất sau được giảm với các phần nước được khử ion thứ hai, thứ ba và thứ tư. Xà phòng cation thu được được vắt chân không cho đến khi methyl isobutyl keton được giải phóng bởi sự thủy phân của diketim là dưới 0,05%.

2517g của dung dịch polyme dạng lỏng nêu trên được bổ sung 443g nước được khử ion. Hỗn hợp được đốt nóng đến nhiệt độ 70°C dưới lớp phủ nitơ. 66,4g dung dịch 85% EPON 828 trong mibk sau đó được bổ sung trong 15 phút được khuấy tốt. 5,81g mibk được bổ sung như là chất rửa dung dịch EPON 828 và hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ 70°C trong 45 phút. Hỗn hợp được đốt nóng đến nhiệt độ 90°C trong 70 phút và được giữ ở nhiệt độ này trong 3 giờ có sự trộn tốt. 337g nước được khử ion sau đó được bổ sung và chất phân tán được làm nguội đến nhiệt độ dưới 35°C và được rót ra.

Ví dụ 8

(a) Nhựa cation

#	Chất liệu	Thành phần
1	EPSON 828	752
2	Bisphenol a	228
3	Butyl carbitol formal	108,89
4	Etpi	0,752
5	Butyl carbitol formal	298,63
6	JEFFAMINE d2000	2687,74
7	Axit sulfamic	131,93
8	H ₂ O	7812,62

Các chất liệu 1, 2, 3 được bổ sung một cách thích hợp vào bình đáy tròn được trang bị. Hỗn hợp sau đó được đốt nóng đến nhiệt độ 125°C. Chất liệu 4 sau đó được bổ sung. Hỗn hợp phản ứng được cho phép tỏa nhiệt đến nhiệt độ 160°C, bổ sung nhiệt lượng khi cần thiết để đạt đến nhiệt độ 160°C. Hỗn hợp phản ứng tiếp đó được giữ ở nhiệt độ 160-170°C trong 1 giờ. Chất liệu 5 được bổ sung và các trộn tốt. Chất liệu 6 sau đó được bổ sung càng nhanh càng tốt. Hỗn hợp phản ứng thu được được đốt nóng đến nhiệt độ 130°C và được giữ trong 3 giờ. Các chất liệu 7 và 8 được trộn sơ bộ và hỗn hợp phản ứng được bổ sung vào dung dịch nước axit trong điều kiện được khuấy để tạo sự phân tán cation.

Ví dụ 9

(a) Nhựa cation

#	Chất liệu	Gam
1	EPSON 828 ¹	307,34
2	Bisphenol A	132,71
3	MACOL 98 A MOD 1 ²	62,50
4	Metylisobutyl keton (mibk)	15,54
5	Etyltriphenyl phosphoni iot	0,30

6	MACOL 98 A MOD 1 ²	62,50
7	Metylisobutyl keton (mibk)	34,30
8	Ketimin ²	28,50
9	N-metyl etanolamin	7,80
10	1, 5, 7-triazabixyclo (4.4.0)dec-5-ene	30,66
11	Ví dụ 2, tác nhân liên kết ngang	458,05
12	Axit sulfamic	23,17
13	H ₂ O	568,1
14	H ₂ O	780,2
15	H ₂ O	550,0

1. Nhựa epoxy khả dụng từ Hexion Specialty Chemicals

2. Sản phẩm cộng bisphenol oxit etylen khả dụng từ BASF Corporation.

3. MIBK diketimin của dietylen triamin ở 72,7% trong MIBK

Quy định: Tất cả trọng lượng tính bằng gam. Các mục 1, 2, 3, 4 và 5 được nạp vào 4 bình đáy tròn cổ thót, có lắp thiết bị khuấy, đầu dò nhiệt độ, phủ một lớp nitơ và được đốt nóng đến nhiệt độ 130°C. Hỗn hợp tỏa nhiệt đến khoảng 150°C. Nhiệt độ được cho phép hạ xuống đến 145°C và được giữ ở nhiệt độ này trong 2 giờ. Việc nạp các chế phẩm ghi ở mục 6 và 7 sau đó được bổ sung. Việc nạp được ghi ở các mục 8, 9 và 10 được bổ sung và hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ 122°C trong hai giờ. Việc nạp chất liệu được ghi ở mục 11 (được đốt nóng sơ bộ đến nhiệt độ ~60°C) được bổ sung và được trộn trong 10 phút không được đốt nóng. 969g hỗn hợp phản ứng được rót vào dung dịch được ghi ở các mục 12 và 13 được khuấy tốt. Chất phân tán thu được được trộn trong ba mươi phút và sau đó chất liệu được ghi ở mục 14 được bổ sung cùng với khuấy trong khoảng 30 phút và các trộn tốt. Việc nạp chất liệu được ghi ở mục 15 được bổ sung và các trộn tốt. Khoảng 600g nước

và dung môi được lọc trong điều kiện chân không ở nhiệt độ 60- 65°C. Chất phân tán dạng nước thu được có hàm lượng chất rắn là 34,16%.

Ví dụ 10

(a) Nhựa cation

#	Chất liệu	Gam
1	EPSON 828 ¹	614,68
2	Bisphenol A	265,42
3	MACOL 98 A MOD 1 ²	125,0
4	Metylisobutyl keton (mibk)	31,09
5	Etyltriphenyl phosphoni iot	0,60
6	MACOL 98 A MOD 1 ²	125,00
7	Metylisobutyl keton (mibk)	50,10
8	Ví dụ 2, tác nhân liên kết ngang	894,95
9	Ketimin ³	57,01
10	N-metyl etanolamin	48,68
11	Axit sulfamic	40,52
12	H ₂ O	1196,9
13	Dung dịch nhựa gồm ⁴	17,92
14	H ₂ O	1623,3
15	H ₂ O	1100,0

1. Nhựa epoxy khả dụng từ Hexion Specialty Chemicals.

2. Sản phẩm cộng bisphenol oxit etylen dụng từ BASF Corporation.

3. Điketimin MIBK của đietylen triamin ở 72,7% trong MIBK.

4. 30% theo dung dịch trọng lượng của nhựa gồm ở dạng đietylen glycol mono butyl etc.

Quy định: Tất cả trọng lượng tính bằng gam. Các mục 1, 2, 3, 4 và 5 được nạp vào 4 bình đáy tròn cổ thót, có lắp thiết bị khuấy, đầu dò nhiệt độ, có phủ một lớp nitor và được đốt nóng đến nhiệt độ 130°C. Hỗn hợp tỏa nhiệt đến khoảng 150°C. Nhiệt độ được cho phép hạ xuống đến 145°C và được giữ ở nhiệt độ này trong 2 giờ. Việc nạp các chế phẩm ghi ở mục 6 và 7 sau đó được bổ sung. Việc nạp các chất liệu được ghi ở các mục 8, 9 và 10 được bổ sung và hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ 122°C trong hai giờ. 1991g hỗn hợp phản ứng được rót vào dung dịch ghi ở các mục 11 và 12 được khuấy tốt. Chất liệu được ghi ở mục 13 sau đó được bổ sung và chất phân tán thu được được trộn trong ba mươi phút và sau đó chất liệu được ghi ở mục 14 được bổ sung cùng với việc khuấy trong khoảng 30 phút và được trộn tốt. Chất liệu được ghi ở mục 15 được bổ sung và được trộn tốt. Khoảng 1100g nước và dung môi được chưng cất trong môi trường chân không ở nhiệt độ 60-65°C. Chất phân tán dạng nước thu được có hàm lượng chất rắn là 39,37%.

Ví dụ 11

(a) Nhựa cation

#	Chất liệu	Gam
1	DER 732 ¹	711
2	Bisphenol A	164,5
3	Benzyldimetyl amin	1,65
4	Butyl carbitol formal ²	78,8
5	JEFFAMINE D400 ³	184,7
6	Bisphenol A diglycidyl ete ⁴	19,1
7	Butyl carbitol formal	3,4
	Nhựa từ sản phẩm phản ứng các chất liệu từ 1-7	988,6
8	Nước được khử ion	1242,13
9	Axit sulfamic	30,2
10	Nước được khử ion	614,8

1. Nhựa epoxy béo khả dụng từ Dow Chemical Co.

2. Khả dụng như là MAZON 1651 từ BASF Corporation

3. Polyoxypropylen điamin khả dụng từ Huntsman Corp.

4. Khả dụng từ Hexion Corporation như là EPON 828

Các chất liệu 1 và 2 được nạp vào bình đáy tròn 3 lít thích hợp. Hỗn hợp được đốt nóng đến nhiệt độ 130°C và chất liệu được ghi ở mục 3 được bổ sung. Hỗn hợp phản ứng được giữ ở nhiệt độ 135°C cho đến khi trọng lượng tương đương epoxit của hỗn hợp là 1232. Chất liệu được ghi ở mục 4 sau đó được bổ sung và tiếp đó hỗn hợp được làm nguội đến nhiệt độ 95°C. Chất liệu được ghi ở mục 5 được bổ sung và phản ứng được giữ ở nhiệt độ 95°C cho đến khi độ nhớt Gardner-Holdt của mẫu thử bằng nhựa được pha loãng 50/50 trong metoxy propanol là "H-J". Hỗn hợp các chất liệu được ghi ở các mục 6 và 7 được bổ sung và hỗn hợp được giữ cho đến khi độ nhớt Gardner-Holdt của mẫu thử bằng nhựa được pha loãng 50/50 trong metoxy propanol là "Q-". 988,6g nhựa này được rót vào hỗn hợp 1242,13g nước được khử ion và 30,2g sulfamic và được trộn trong 30 phút. 614,8g nước được khử ion sau đó được bổ sung và được trộn tốt. Chất phân tán dạng nước cuối cùng có hàm lượng chất rắn đo được là 35,8%

Ví dụ 12

(a) Bột nhào tạo màu

#	Chất liệu	Các phần
1	Nhựa cation theo Ví dụ 11	1793
2	SURFYNOL GA ¹	5,28
3	TiO ₂ ²	157,54
4	Đất sét kaolin ³	1235,82
5	Than đen ⁴	16,94
6	Nước được khử ion	41,36

1. Chất hoạt tính bề mặt khả dụng từ Air Products Inc.

2. CR800E khả dụng từ Kerr McGee

3. ASP-200 khả dụng từ BASF Corporation.

4. Than đen CSX-333 khả dụng từ Cabots Inc.

Các chất liệu được ghi ở các mục 1 và 2 được trộn sơ bộ trong một bình kim loại đáy phẳng. Các chất liệu được ghi ở các mục từ 3 đến 5 được bổ sung sau đó vào hỗn hợp trong điều kiện trong máy trộn độ cắt cao. Bột nhão được trộn trong 30 phút. Chất liệu được ghi ở mục 6 được bổ sung trong điều kiện trộn cắt chậm và bột nhão được khuấy cho đến lúc đồng đều. Bột nhão sau đó được chuyển đến máy nghiền trung gian RED HEAD được trang bị áo làm nguội bằng nước và sử dụng môi trường zircon 2mm. Bột nhão sau đó được nghiền đến Hegman of >7 được nhìn thấy.

Ví dụ 13

(a) Sơn

#	Chất liệu	Các phần
1	Ví dụ 8, nhựa cation	113,73
2	Butyl carbitol formal ¹	4,61
3	Ví dụ 7, nhựa cation	40,98
4	Ví dụ 9, nhựa cation	504,52
5	Ví dụ 10, nhựa cation	369,37
6	Etylen glycol hexyl ete	10,36
7	Nước được khử ion	24
8	Ví dụ 12, bột nhão nhuộm màu	129,26
9	Nước được khử ion	1789,32

1. Khả dụng như MAZON 1651 từ BASF Corporation

Các chất liệu được ghi ở các mục từ 1 đến 9 được bổ sung sau đó trong điều kiện lắc và khuấy cho đến khi đồng đều để tạo hỗn hợp nhựa. Hỗn hợp nhựa thu

được khi trộn 1,28% trên RS của 1,5,7- triazabicyclo(4.4.0)dec-5-ene từ nhựa. Hai mươi phần trăm theo trọng lượng sơn được loại bỏ bằng cách lọc qua máy siêu lọc và được thay thế bằng nước được khử ion.

Ví dụ 14

(a) Sơn

#	Chất liệu	Các phần
1	Nhựa cation, Ví dụ 8	754,12
2	Butyl carbitol formal ¹	40,39
3	Nhựa cation, Ví dụ 7	359,10
4	Nhựa cation ²	6556,21
5	Etylen glycol hexyl ete	90,86
6	Nước được khử ion	214
7	Ví dụ 12, bột nhão nhuộm màu	1357,80
8	Bột nhão oxit thiếc dibutyl ³	147,63
9	Nước được khử ion	9472,05

1. Khả dụng như MAZON 1651 từ BASF Corporation.

2. Tương tự như Ví dụ 3, nhưng có bổ sung 0,5% nhựa gồm đối với các nhựa rắn, tổng các chất rắn là 42,8%

3. Bột nhão oxit thiếc dibutyl bao gồm chất mang nghiền sulfoni epoxy và oxit thiếc dibutyl, tổng các chất rắn là 55,7 trong nước, phần trăm trọng lượng oxit thiếc dibutyl là 36,63.

Các chất liệu được ghi từ mục 1 đến mục 9 được bổ sung sau đó trong điều kiện được lắc và được khuấy cho đến khi đồng đều để tạo hỗn hợp nhựa. Hỗn hợp nhựa thu được trong sơn với 1,3% RS của chất xúc tác oxit thiếc dibutyl và được sử dụng để đối chứng. Hai mươi phần trăm theo trọng lượng sơn được loại bỏ bằng cách lọc qua thiết bị siêu lọc và được thay thế bởi nước được khử ion.

Ví dụ 15

(a) Chất mang nghiền

#	Chất liệu	Gam
1	EPSON828 ¹	533,2
2	Nonyl phenol	19,1
3	Bisphenol A	198,3
4	Etyltriphenyl phosphoni iot	0,7
5	Butoxy propanol	201,6
6	Metoxy propanol	50,4
7	1, 5, 7-triazabixyclo(4.4.0)dec-5-ene	

1. Nhựa epoxy khả dụng từ Hexion Specialty Chemicals

Quy định: Tất cả trọng lượng tính bằng gam. Các mục 1, 2, 3, 4 và 5 được nạp vào 4 bình đáy tròn cổ thót, có lắp thiết bị khuấy, đầu dò nhiệt độ, có phủ một lớp nitơ và được đốt nóng đến nhiệt độ 130°C. Hỗn hợp tỏa nhiệt đến nhiệt độ 160-180°C. Giữ ở nhiệt độ 160-170°C trong 1 giờ. Ngắt truyền nhiệt và bổ sung chất liệu ghi ở mục 6 một cách từ từ. Ở nhiệt độ 60°C bổ sung chất liệu ghi ở mục 7. Cho phép hỗn hợp tỏa nhiệt đến nhiệt độ 110°C, sau đó giữ ở nhiệt độ 110-120°C trong 1 giờ. Vào 920g hỗn hợp phản ứng, bổ sung 39g axit sulfamic và 1153g nước được khử ion và trộn kỹ. Bổ sung thêm 15,6g axit sulfamic và trộn kỹ. Hỗn hợp là dung dịch sương mù hơi nhớt có hàm lượng chất rắn là 38,2%.

Ví dụ 16

(a) Điều chỉnh độ pH chất mang nghiền

1	Ví dụ 15, chất mang nghiền	809,9
2	10% dung dịch axit sulfamic	49,26

Các chất liệu được bổ sung sau đó thu được chất phân tán nhựa có độ pH là 7,05.

(b) Bột nhão nhuộm màu

#	Chất liệu	Các phần
1	GV được điều chỉnh độ pH từ trên	595,44
2	SURFYNOL GA ¹	1,45
3	TiO ₂ ²	43,14
4	Đất sét Kaolin ³	338,63
5	Than đen ⁴	4,64
6	Nước được khử ion	46,7

1. Chất hoạt tính bề mặt khả dụng từ Air Products Inc.

2. CR800E khả dụng từ Kerr McGee

3. ASP-200 khả dụng từ BASF Corporation.

4. Than đen CSX-333 khả dụng từ Cabots Inc.

Các chất liệu 1 và 2 được trộn sơ bộ trong một bình kim loại có đáy phẳng. Các chất liệu được ghi từ mục 3 đến mục 5 sau đó được bổ sung vào hỗn hợp trong máy trộn độ cắt cao. Bột nhão được trộn trong 30 phút. Chất liệu được ghi ở mục 6 được bổ sung trong điều kiện trộn có lực cắt thấp và bột nhão được khuấy cho đến khi đồng đều. Bột nhão sau đó được chuyển đến máy nghiền trung gian RED HEAD được trang bị vỏ làm nguội bằng nước và sử dụng môi trường ziricon 2mm. Bột nhão sau đó được nghiền đến Hegman >7.

Ví dụ 17

(a) Sơn

#	Chất liệu	Thành phần
1	Nhựa cation, Ví dụ 8	191,1
2	Butyl carbitol formal ¹	7,73
3	Nhựa cation, Ví dụ 7	68,76

4	Ví dụ 3, nhựa cation (ở 38,1% NV)	1400,34
5	Etylen glycol hexyl ete	17,4
6	Bột nhão nhuộm màu, Ví dụ 16	256,43
7	Nước được khử ion	1871,7

1. Khả dụng như MAZON 1651 từ BASF Corporation

Các chất liệu được ghi từ mục 1 đến mục 7 được bổ sung sau đó trong điều kiện lắc và được khuấy cho đến khi đồng đều để tạo hỗn hợp nhựa. Nhựa này thu được ở dạng sơn có 1,25% RS của 1,5,7- triazabicyclo(4.4.0)dec-5-en từ chất mang nghiền. Mười lần phần trăm theo trọng lượng của sơn được loại bỏ bằng cách lọc bằng thiết bị siêu lọc và được thay thế bởi nước được khử ion.

Ví dụ 18

(a) Sơn

#	Chất liệu	Thành phần
1	Nhựa cation, Ví dụ 8	148,28
2	Butyl carbitol formal ¹	6
3	Nhựa cation, Ví dụ 7	53,35
4	Ví dụ 3, nhựa cation (ở 38,1% NV)	1086,56
5	Etylen glycol hexyl ete	13,5
6	Bột nhão nhuộm màu, Ví dụ 12	168,03
7	Nước được khử ion	1092,31

1. Khả dụng như là MAZON 1651 từ BASF Corporation

Các chất liệu được ghi ở các mục từ 1 đến 5 được bổ sung sau đó trong điều kiện lắc và khuấy cho đến khi đồng đều để tạo hỗn hợp nhựa. Chất liệu được ghi ở mục 6 được bổ sung và sơn được cho phép khuấy cho đến khi đồng đều. Chất liệu được ghi ở mục 7 được bổ sung và sơn được cho phép khuấy trong một đêm. Điều này làm cho sơn không có chất xúc tác.

Ví dụ 19

(a) Nhựa cation

A	EPSON 880 ¹	464,01
	Bisphenol A	153,61
	Etylen glycol mono-2-etyl hexyl ete	12,00
B	Etyltriphenyl phosphoni iot	0,72
C	Etylen glycol mono-2-etyl hexyl ete	56,76
D	Tác nhân liên kết ngang ²	495,07
E	1, 5, 7-triazaxyclo(4.4.0)dec-5-ene	21,21
F	Axit sulfamic	27,55
	H ₂ O	438
G	H ₂ O	891,97
H	H ₂ O	131

1. Nhựa epoxy khả dụng từ Hexion Specialty Chemicals

2. Tác nhân liên kết ngang được điều chế từ phản ứng hexametylen triamin và propylen cacbonat (được nêu chi tiết dưới đây).

Quy định: Tất cả trọng lượng tính bằng gam. Các mục A và B được nạp vào 4 bình đáy tròn cổ thót, có lắp thiết bị khuấy, đầu dò nhiệt độ, có phủ một lớp nitơ và được đốt nóng đến nhiệt độ 125°C. Hỗn hợp tỏa nhiệt. Bắt đầu 1 giờ giữ ở nhiệt độ 160°C. Đỉnh tỏa nhiệt là 171°C và nhiệt độ được cho phép hạ xuống đến 160°C. Sau 1 giờ, việc nạp chất liệu được ghi ở mục C được bổ sung. Việc nạp chất liệu được ghi ở mục D sau đó được bổ sung và hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ 115°C trong 30 phút. Việc nạp chất liệu được ghi ở mục E sau đó được bổ sung và hỗn hợp được giữ thêm trong 30 phút. 1260g hỗn hợp phản ứng được rót vào dung dịch được ghi ở mục F được khuấy tốt. Chất phân tán thu được được trộn trong ba mươi phút và sau đó chất liệu được ghi ở mục G được bổ sung vào có khuấy trong khoảng 30 phút và được trộn kỹ. Việc nạp chất liệu được ghi ở mục H được bổ sung và được

trộn kỹ. Nước và dung môi sau đó được chưng trong điều kiện chân không ở nhiệt độ 60-65°C. Chất phân tán dạng nước thu được có hàm lượng chất rắn là 39,19%.

(b) Điều chế tác nhân liên kết ngang

1	Bishexametylen triamin	135,4
2	Propylen cacbonat	112,3
3	Etylen glycol mono-2-etyl hexyl ete	61,93

Nạp chất liệu được ghi ở mục 1 vào bình phản ứng. Bổ sung 2 giọt trong hai giờ. Phản ứng là tỏa nhiệt. Điều chỉnh tốc độ bổ sung sao cho nhiệt độ không vượt quá 70°C. Phản ứng sau đó được pha loãng với etylen glycol mono-2-etyl hexyl ete.

Ví dụ 20

(a) Sơn

#	Chất liệu	Thành phần
1	Nhựa cation, Ví dụ 19	1454
2	Nước được khử ion	2346

Các chất liệu được ghi ở các mục 1 và 2 được bổ sung sau đó trong điều kiện lắc và khuấy cho đến khi đồng đều để tạo hỗn hợp nhựa. Hỗn hợp nhựa này thu được sơn có 1,99% RS của 1,5,7- triazabixyclo(4.4.0)dec-5-ene.

Ví dụ 21

(a) Nhóm chất liệu xử lý 2

Các chế phẩm mạ điện của các Ví dụ 13, 14, 17, 18, 20 được mạ điện lên thép được phosphat hóa trong các điều kiện thích hợp để tạo chiều dày màng mạ điện là khoảng 24 micromét bằng cách sử dụng các quy trình được biết trong lĩnh vực kỹ thuật này. Các tấm sau đó được xử lý trong lò điện ở các nhiệt độ và theo các khoảng thời gian được chỉ ra. Các tấm được thử nghiệm để xử lý bởi các gờ đúp axeton bằng cách sử dụng phương pháp A ASTM D5402-6 với các loại trừ như sau: Axeton được sử dụng thông dụng hơn MIBK, không phải lau sạch nước trên tấm,

100 gờ đúp được tạo ra bằng cách sử dụng vải thưa và phạm vi tốc độ được liệt kê như sau.

1 – qua nền < 50
2 – qua 50-100 gờ
3 – tạo vết rất nghiêm trọng. Làm xước kim loại một cách dễ dàng
4 – chỉ tạo vết nghiêm trọng trên vùng bị cọ xát. Có thể làm xước kim loại
5 – tạo vết trên vùng cọ xát, có thể gây xước kim loại
6 – tạo vết một cách đồng đều ở giữa vùng cọ xát, khó nhưng có thể gây xước kim loại
7 – tạo vết không đồng đều trên vùng cọ xát, nhưng không thể gây xước kim loại
8 – tạo vết, một vết rất nhỏ trên vùng cọ xát, có thể không gây xước kim loại
9 – tạo vết mờ trên vùng cọ xát, không thể gây xước kim loại
10 – không nhìn thấy vết

Phương án son	% DBTO trong nhựa rắn	% chất phụ gia BCG*trong nhựa rắn	Nhiệt độ °C	Thời gian	Axeton đúp	
					Tốc độ cọ xát	Số lần cọ xát
Ví dụ 13	0	1,28	138	30'	1	5
			149	30'	8	100
			160	30'	8	100
			171	30'	8	100
Ví dụ 17	0	1,25	138	30'	Không chuyển động	Không cọ xát
			149	30'	Không chuyển	Không cọ

					động	xát
			160	30'	2	81
			171	30'	6	100
Ví dụ 20	0	1,99	138	30'	Không chuyển động	Không cộ xát
			149	30'	7/8	100
			160	30'	8	100
			171	30'	8/9	100
Ví dụ 18	0	0	138	30'	Không chuyển động	Không cộ xát
			149	30'	1	2
			160	30'	1	3
			171	30'	1	5
Ví dụ 14	1,3	0	138	30'	Không chuyển động	Không cộ xát
			149	30'	1	12
			160	30'	7	100
			171	30'	8	100

"1,5,7-triazabixyclo(4.4.0)dec-5-ene

Ví dụ 22

(a) Bột nhão chất xúc tác

#	Chất liệu	Gam
---	-----------	-----

1	Ví dụ 11, nhựa cation	515,70
2	Oxit bismut III	241
3	Axit sulfamic	100
4	Nước được khử ion	315
5	Nước được khử ion	50

Các chất liệu 1 và 2 được bổ sung vào cốc thí nghiệm bằng thép 2 lít và được trộn trong điều kiện khuấy bằng cánh có lực cắt cao. Các chất liệu 3 và 4 được trộn trước và được bổ sung từ từ vào bột nhão nhựa bismut và hỗn hợp thu được được khuấy trong điều kiện có lực cắt cao thêm 30 phút nữa. Chất liệu 5 được bổ sung và bột nhão được nghiền trong 3 giờ bằng máy nghiền Chicago Boiler Red Head có lắp vỏ làm nguội nước sử dụng môi trường ziricon tròn 2mm.

Ví dụ 23

(a) Chất mang nghiền

Ví dụ này mô tả việc điều chế muối amoni bậc bốn chứa nhựa nghiền chất nhuộm màu. Ví dụ 23-1 mô tả việc điều chế tác nhân bậc bốn muối amin axit và Ví dụ 23-2 mô tả việc điều chế polyme chứa nhóm epoxy hầu như được tạo bậc bốn với muối amin axit của Ví dụ 23-1.

23-1

Tác nhân tạo bậc bốn muối amin axit được điều chế bằng cách sử dụng quy trình sau:

#	Chất liệu	Thành phần
1	Dimetyl etanolamin	445
2	PAPI 290 ¹	660
4	88% chất lỏng axit lactic	512
5	Nước được khử ion	2136,11

1. Polyme điiisoxyanat khả dụng thương mại từ Dow Chemical Co.

2. Khả dụng như là MAZON 1651 từ BASF Corporation

Nạp vào bình 5 lít được trang bị thích hợp chất liệu 1. Chất liệu 2 sau đó được nạp vào trong điều kiện khuấy nghiền trong khoảng thời gian 1,5 giờ, tiếp đó là súc rửa chất liệu 3. Trong quá trình bổ sung này, hỗn hợp phản ứng được cho phép tỏa nhiệt đến nhiệt độ khoảng 89°C và được giữ ở nhiệt độ này trong khoảng một giờ cho đến khi phản ứng hoàn toàn isoxyanat như được xác định bởi phép nghiền cứu phổ hồng ngoại. Ở thời điểm này, chất liệu 4 được bổ sung trong khoảng thời gian 25 phút, tiếp theo là chất liệu 5. Nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng 80°C trong khoảng 6 giờ cho đến khi trị số axit thu được còn 70,6.

23-2

Polyme chứa nhóm muối amoni bậc bốn được điều chế bằng cách sử dụng quy trình sau.

#	Chất liệu	Thành phần
1	Bisphenol A diglycidyl ete ¹	528,8
2	Bisphenol A	224,9
3	Butyl carbitol formal ²	83,7
4	Etyltriphenylphosphoni iodua	0,5
5	Butyl carbitol formal ²	164,9
6	Tác nhân bậc bốn amin-axit 23-1	418,4
7	Nước được khử ion	1428,1
8	Butyl carbitol formal ²	334,7

1. Diglycidyl ete của bisphenol A khả dụng thương mại từ Resolution Chemical Co như là EPON 828.

2. Khả dụng như là MAZON 1651 từ BASF Corporation

Chất liệu 1 được nạp vào bình thí nghiệm 5 lít được trang bị thích hợp trong điều kiện lắc nghiền. Chất liệu 2 sau đó được bổ sung, tiếp theo là các chất liệu 3 và 4. Hỗn hợp phản ứng được đốt nóng đến nhiệt độ khoảng 140°C, được cho tỏa nhiệt đến nhiệt độ khoảng 180°C, sau đó được làm nguội đến nhiệt độ khoảng 160°C và được giữ ở nhiệt độ đó trong khoảng 1 giờ. Ở thời điểm này, sản phẩm polyme có trọng lượng tương đương epoxy là 982,9. Hỗn hợp phản ứng sau đó được làm nguội đến nhiệt độ khoảng 130°C, ở thời điểm này chất liệu 5 được bổ sung và nhiệt độ được hạ xuống đến khoảng 95°-100°C, tiếp đó là sự bổ sung chất liệu 6, tác nhân bậc bốn amin-axit 23-1 trong khoảng thời gian 15 phút và tiếp đó là bổ sung khoảng 1428,1 phần theo trọng lượng của nước được khử ion. Nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng 80⁰ C trong khoảng 6 giờ cho đến khi số chỉ số axit của sản phẩm phản ứng tụt xuống 1,0. Nhựa nghiền chất tạo màu chứa nhóm muối amoni bậc bốn thu được tiếp tục được giảm với khoảng 334,7 phần theo trọng lượng của dung môi Butyl Carbitol Formal.

Ví dụ 24

(a) Chất mang nghiền

#	Chất liệu	Gam
1	EPSON 828 ¹	533,2
2	Nonyl phenol	19,1
3	Bisphenol A	198,3
4	Etyltriphenyl phosphoni iodua	0,7
5	Butoxy propanol	99,3
6	Butoxy propanol	93,9
7	Metoxy propanol	50,3
8	Thiodietanol	121,3
9	Butoxy propanol	6,9
10	Nước được khử ion	32,1

11	Axit propionic đimetylol	133,1
12	Nước được khử ion	1100
13	Nước được khử ion	790

1) Diglycidyl ete của bisphenol A khả dụng thương mại từ Resolution Chemical Co như là EPON 828.

Nạp các chất liệu từ mục 1 đến mục 5 vào bình thí nghiệm được trang bị thích hợp và đốt nóng đến nhiệt độ là 125°C. Hỗn hợp được cho tỏa nhiệt đến nhiệt độ 175°C và sau đó được giữ ở nhiệt độ 160-165°C trong 1 giờ. Sau 1 giờ giữ, bổ sung các chất liệu ghi ở các mục 6-7. Làm nguội đến nhiệt độ 80°C và bổ sung các chất liệu 8 -11. Giữ ở nhiệt độ 78°C cho đến trị số axit được đo là dưới 2. Khi trị số axit là đạt, rót 1288,2g nhựa vào 1100g nước được khử ion (chất liệu 12) có khuấy. Trộn trong 30 phút, sau đó bổ sung chất liệu 13 và trộn kỹ. 30% chế phẩm phủ được loại bỏ bằng cách lọc tế vi và được thay thế bởi nước được khử ion.

Ví dụ 25

(a) Bột nhào nhuộm màu

#	Chất liệu	Gam
1	Nhựa cation, Ví dụ 23	418,6
2	Nhựa cation, Ví dụ 24	2267,2
3	SURFYNOL GA ¹	84,5
4	Etylen glycol hexyl ete	39
5	TiO ₂ ²	2780
6	POLSPERSE 10 ³	208
7	PRINTEX 200 ⁴	52
8	Ytri oxit	84,5
9	Nước được khử ion	300
10	FA810 ⁵	4698,9

1) Chất hoạt tính bề mặt khả dụng từ Air Products Inc.

2) CR800E khả dụng từ Kerr McGee

3) Đất sét kaolin khả dụng từ IMERYS Inc.

4) Than đen khả dụng từ Degussa Inc.

5) Bột nhão silic oxit cation, 10,52% phần silic oxit, được sản xuất bởi PPG Industries.

Các chất liệu 1 - 8 được trộn sơ bộ trong bình nhựa đáy phẳng. Chất liệu 9 được bổ sung vào hỗn hợp để làm giảm độ nhớt. Bột nhão sau đó được nghiền trên máy nghiền PREMIER cho đến khi thấy được chỉ số Hegman là >7. Chất liệu 10 sau đó được bổ sung vào bột nhão và bột nhão được nghiền thêm một giờ nữa.

Ví dụ 26

(a) Sơn

#	Chất liệu	Thành phần
1	W7718. Hỗn hợp nhựa cation ¹	100
2	Bột nhão nhuộm màu, Ví dụ 25	14,89
3	Bột nhão xúc tác, Ví dụ 22	2,45
4	Nước được khử ion	84,24

1) Hỗn hợp nhựa mạ điện ô tô cation khả dụng thương mại từ PPG Industries

Các chất liệu từ 1 đến 4 được bổ sung sau đó trong điều kiện lắc và cho phép khuấy trong 24 giờ. Sơn này có 21,5% chất rắn, 1,2% bismut trên tổng nhựa rắn từ tất cả các thành phần sơn. Sơn này được làm ở mức 12000 gam. 30% chế phẩm phủ được loại bỏ bằng cách lọc tế vi và được thay thế bởi nước được khử ion.

Ví dụ 27

(a) Chất phụ gia phân tán

#	Chất liệu	Gam
1	Axit sulfamic	8,05
2	Nước được khử ion	60
3	Ví dụ 4	31,95

Các chất liệu 1 và 2 được trộn cho đến khi đồng đều. Chất liệu 3 sau đó được bổ sung trong điều kiện lắc để tạo sự phân tán.

Ví dụ 28

(a) Sơn

#	Chất liệu	Gam
1	Chế phẩm mạ điện, Ví dụ 26	2865,67
2	Chất phụ gia phân tán, Ví dụ 27	34,7
3	Nước được khử ion	99,63

Chất liệu 2 và 3 được trộn sơ bộ và được bổ sung vào một phần sơn 1 (chất liệu 1) trong điều kiện lắc. Sơn này bao gồm 21,0% chất rắn, 1,17% bismut và 2% chất phụ gia theo Ví dụ 4 trong tổng nhựa rắn từ tất cả các thành phần sơn. 30% chế phẩm mạ được loại bỏ bằng cách lọc tế vi và được thay thế bởi nước được khử ion.

Ví dụ 29

(a) Nhựa cation

#	Chất liệu	Gam
1	EPSON 828 ¹	430,27
2	Bisphenol A	185,8
3	MACOL 98 A MOD 1 ²	87,5
4	Metylisobutyl keton (mibk)	21,76

5	Etyltriphenyl phosphoni iôđua	0,42
6	MACOL 98 A MOD 1 ²	65,54
7	Metylisobutyl keton (mibk)	12,13
8	Ketimin ²	53,37
9	N-metyl etanolamin	28,06
10	1,5,7-triazabixyclo(4.4.0)dec-5-ene	10,73
11	Tác nhân liên kết ngang ⁴	434,44
12	Axit sulfamic	43,46
13	H ₂ O	1080,18
14	H ₂ O	1521,15

1. Nhựa epoxy khả dụng từ Hexion Specialty Chemicals.

2. Sản phẩm cộng bisphenol etylen oxit khả dụng từ BASF Corporation.

3. MIBK diketimin của đietylen triamin ở mức 72,7% trong MIBK.

4. Tác nhân liên kết ngang uretan bị che MDI, sản phẩm phản ứng của 10 sản phẩm tương đương của Lupranate M70L (polyme MDI), 2 sản phẩm tương đương của etanol và 8 sản phẩm tương đương của metanol. Được sử dụng ở mức 80% chất rắn trong MIBK.

Quy định: Tất cả trọng lượng tính bằng gam. Các mục 1, 2, 3, 4 và 5 được nạp vào 4 bình đáy tròn cổ thót, có lắp thiết bị khuấy, đầu dò nhiệt độ, có phủ một lớp nitơ và được đốt nóng đến nhiệt độ 130°C. Hỗn hợp tỏa nhiệt, nhưng không cho phép vượt quá 145°C. Nhiệt độ được giữ ở 145°C và trong 2 giờ. Việc nạp các chế phẩm ghi ở mục 6 và 7 sau đó được bổ sung. Phản ứng được phép xảy ra cho đến khi trọng lượng tương đương epoxy nhìn thấy là 1167. Việc nạp các chất liệu 8, 9 và 10 được bổ sung và hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ 122°C trong hai giờ. Nhiệt độ được ngắt và chất liệu 11 được bổ sung và hỗn hợp được khuấy trong 10 phút. Hỗn hợp phản ứng được rót vào dung dịch được ghi ở các mục 12 và 13 có khuấy tốt.

Sau 30 phút, chất liệu 14 được bổ sung từ từ trong 30 phút. Khoảng 700g nước và dung môi được chưng trong điều kiện chân không ở nhiệt độ 60-65°C và được cung cấp thêm bởi nước được khử ion. Chất phân tán dạng nước thu được có hàm lượng chất rắn là 37,9%.

Ví dụ 30

(a) Nhựa cation

1	MAZEEN 355 70 ¹	1423,49
2	Axit axetic	15,12
3	Đibutyl thiếc đilaurat	1,52
4	Toluen diisoxyanat 80/20	200,50
5	Axit sulfamic	79,73
6	Nước được khử ion H ₂ O	1623,68
7	Nước được khử ion H ₂ O	766,89

1. Diol chức amin của trọng lượng tương đương amin 1131 khả dụng từ BASF Corporation.

Các chất 1 và 2 được nạp vào 4 bình đáy tròn cổ thót, có lắp thiết bị khuấy, đầu dò nhiệt độ và có phủ một lớp nitơ và được trộn trong 10 phút. Chất liệu được ghi ở mục 3 được bổ sung và sau đó chất liệu được ghi ở mục 4 được nạp vào trong khoảng 1 giờ cho phép hỗn hợp phản ứng tỏa nhiệt đến nhiệt độ tối đa là 100°C. Hỗn hợp sau đó được bổ sung ở nhiệt độ 100°C cho đến khi quang phổ hồng ngoại chỉ ra là không có isoxyanat (khoảng 1 giờ). 1395 g hỗn hợp phản ứng được rót vào hỗn hợp được ghi ở các mục 5 và 6 và được trộn trong 1 giờ. Chất liệu được ghi ở mục 7 sau đó được bổ sung trong khoảng 1 giờ và được trộn trong khoảng 1 giờ. Dung dịch dạng nước thu được có hàm lượng chất rắn khoảng 36%.

Ví dụ 31

(a) Sơn

#	Chất liệu	Thành phần
1	Nhựa cation, Ví dụ 29	1371,5
2	Chất dẻo hóa ¹	189,8
3	Butyl carbitol formal ²	39,5
4	Propylen glycol phenyl ete	3,5
5	Nhựa cation, Ví dụ 30	36,6
6	Nhựa cation, Ví dụ 7	73,3
7	Noromox C5 ³	3,3
8	Hỗn hợp chất hoạt tính bề mặt ⁴	5,2
9	Bột nhão ⁵	212,1
10	Nước được khử ion	1865,3

1. Chất dẻo hóa khả dụng từ PPG industries.

2. Khả dụng như là MAZON 1651 từ BASF Corporation.

3. Chất hoạt tính bề mặt khả dụng từ CECA S.A.

4. Hỗn hợp các dung môi và các chất hoạt tính bề mặt bao gồm 31,26 phần etylen glycol butyl ete, 31,26 phần SURFYNOL 104 TM khả dụng từ Air Product Inc, 32,46 phần Noramox C5 khả dụng từ CECA S. A., 5 phần axit axetic.

5. Bột nhão tương tự Ví dụ 12 có chất liệu 1 thay thế bởi chất mang nghiền của Ví dụ 24 trên cơ sở các nhựa rắn. Được sử dụng ở mức 57% tổng các chất rắn.

Các chất liệu được ghi từ 1 đến 8 được bổ sung sau đó trong điều kiện lắc và khuấy cho đến khi đồng đều để tạo hỗn hợp nhựa. Chất liệu 9 được bổ sung và sơn được cho phép khuấy cho đến khi đồng đều, tối thiểu là 30 phút. Chất liệu 10 được bổ sung và sơn được cho phép khuấy cho đến khi đồng đều, tối thiểu là 30 phút.

Ví dụ 32

(a) Sơn

#	Chất liệu	Thành phần
1	Sơn từ Ví dụ 31	3200
2	Etylen glycol butyl ete	9,5
3	Etylen glycol hexyl ete	9,5
4	Kẽm oxit (ZnO)	1,73

Các chất liệu từ 1 đến 4 được bổ sung lần lượt vào bình chứa 4 lít trong điều kiện lắc trong 10 phút có khuấy giữa các lần bổ sung. Điều đó có được trong chất liệu mạ điện có 0,7% 1,5,7-triazabicyclo(4.4.0)dec-5-ene và 0,2% kẽm kim loại trong các nhựa rắn.

Ví dụ 33

(a) Nhóm các kết quả xử lý 3

Đối với các Ví dụ 24, 26, 31 và 32, từng chế phẩm mạ điện sau đó được mạ lên thép cán nguội được phosphat hóa trong các điều kiện thích hợp để tạo chiều dày màng mạ điện khoảng 24 micromét. Các tấm sau đó được xử lý trong 20 phút ở nhiệt độ 175C và được thử nghiệm để xử lý bởi các gờ đúp axeton bằng cách sử dụng phương pháp A ASTM D5402-6 với các ngoại trừ như sau: Axeton được sử dụng thay thế MIBK, không lau sạch nước từ tấm, 100 gờ đúp được tạo ra bằng cách sử dụng vải thưa và phạm vi tốc độ được liệt kê dưới đây.

1 – xuyên vào nền < 50
2 – xuyên vào 50-100 gờ
3 – tạo vết rất nghiêm trọng. Gây xước kim loại một cách dễ dàng
4 – chỉ tạo vết nghiêm trọng trên vùng bị cọ xát. Có thể gây xước kim loại
5 – chỉ tạo vết trên vùng bị cọ xát, có thể gây xước kim loại
6 – tạo vết đồng đều ở giữa vùng bị cọ xát, khó nhưng có thể gây xước kim loại
7 – tạo vết không đồng đều trên vùng bị cọ xát, không thể gây xước kim loại
8 – tạo vết rất nhỏ vùng bị cọ xát, không thể gây xước kim loại

9 – tạo vết chút ít vùng bị cọ xát, không thể gây xước kim loại
10 – không để lại vết nhìn thấy được.

Ví dụ sơn	Mô tả	% Zn	%Bi trên nhựa rắn	%chất phụ gia BCG trên nhựa rắn	Tốc độ ADR	Cọ xát ADR
		Nhựa rắn	20' 175C		20' 175C	
Ví dụ 26	Đối chứng 1,2% Bi	0	1,2	0	2	(92)
Ví dụ 28	1,2% Bi +2%BCG2HGE	0	1,17	2	7	100
Ví dụ 31	Mức thấp BCG	0	0	.7	1	(<45)*
Ví dụ 32	Mức thấp BCG +Zn	.2	0	.7	2	(87)*

Chất phụ gia BCG = 1 ,5,7-triazabixyclo(4.4.0)dec-5-ene + 2 etyl hexyl glycidyl ete từ Ví dụ 4

BCG=I, 5,7-triazabixyclo(4.4.0)dec-5-ene

ADR=Axeton Double Rubs (Các gờ đúp axeton)

* được cọ xát qua kim loại trong các gờ được nêu.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm mạ điện chứa sản phẩm phản ứng của polyme và guanidin vòng, và trong đó sản phẩm phản ứng là cation.
2. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó polyme chứa nhóm chức phản ứng với guanidin vòng.
3. Chế phẩm mạ điện theo điểm 2, trong đó nhóm chức bao gồm epoxy.
4. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó chế phẩm này chứa polyme chứa nhóm chức và hợp phần, trong đó hợp phần này bao gồm guanidin vòng và thành phần bổ sung, trong đó cả guanidin vòng và thành phần bổ sung đều có hoạt tính với nhóm chức.
5. Chế phẩm mạ điện theo điểm 4, trong đó thành phần bổ sung bao gồm polyamin, amin bậc nhất, amin bậc hai, amin bậc ba, sulfua hoặc hỗn hợp của chúng.
6. Chế phẩm mạ điện theo điểm 5, trong đó thành phần bổ sung bao gồm sản phẩm phản ứng của polyamin và cacbonat.
7. Chế phẩm mạ điện theo điểm 6, trong đó polyamin bao gồm ít nhất một amin bậc nhất và ít nhất một amin bậc hai.
8. Chế phẩm mạ điện theo điểm 7, trong đó ít nhất một phần của amin bậc nhất của polyamin được phản ứng với cacbonat đã nêu để tạo ra carbamat.
9. Chế phẩm mạ điện theo điểm 7, trong đó polyamin bao gồm dietylen triamin, đipropylen triamin, bis-hexametylen triamin, N-hydroxyetyl etylen diamin, hexametylen triamin, trisaminoetylamin hoặc hỗn hợp của chúng.
10. Chế phẩm mạ điện theo điểm 7, trong đó thành phần bổ sung bao gồm amin với nhóm chức bổ sung có rượu, amin bậc ba, uretan, urê, ketimin, carbamat hoặc các hỗn hợp của chúng.

11. Chế phẩm mạ điện theo điểm 7, trong đó sulfua bao gồm sulfua chức hydroxy.
12. Chế phẩm mạ điện theo điểm 11, trong đó sulfua chức hydroxy bao gồm thiodietanol.
13. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó polyme cation được tạo ra bằng cách trung hóa ít nhất một phần guanidin bởi axit.
14. Chế phẩm mạ điện theo điểm 13, trong đó axit bao gồm axit axetic, axit lactic, axit sulfamic, axit metansulfonic, axit dimetylolpropionic, axit para toluensulfonic, axit formic hoặc hỗn hợp của chúng.
15. Chế phẩm mạ điện theo điểm 14, trong đó axit bao gồm axit sulfamic.
16. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó chế phẩm mạ điện này hầu như không chứa các chất xúc tác kim loại.
17. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó chế phẩm mạ điện này bao gồm polyme và tác nhân hóa rắn của nó.
18. Chế phẩm mạ điện theo điểm 17, trong đó ít nhất một phần tác nhân hóa rắn được liên kết hóa học với polyme.
19. Chế phẩm mạ điện theo điểm 17, trong đó ít nhất một phần tác nhân hóa rắn không được liên kết hóa học với polyme.
20. Chế phẩm mạ điện theo điểm 17, trong đó tác nhân hóa rắn bao gồm uretan, isoxyanat, este hoặc hỗn hợp của chúng.
21. Chế phẩm mạ điện theo điểm 20, trong đó tác nhân hóa rắn bao gồm uretan và trong đó một phần của tác nhân hóa rắn được che ít nhất một phần.
22. Chế phẩm mạ điện theo điểm 20, trong đó tác nhân hóa rắn uretan bao gồm sản phẩm phản ứng của polyamin và cacbonat.

23. Chế phẩm mạ điện theo điểm 8 hoặc 22, trong đó cacbonat đã nêu bao gồm cacbonat vòng.

24. Chế phẩm mạ điện theo điểm 23, trong đó cacbonat vòng bao gồm cacbonat vòng như etylen cacbonat, propylen cacbonat, butylen cacbonat hoặc các hỗn hợp của chúng.

25. Chế phẩm mạ điện theo điểm 22, trong đó cacbonat vòng bao gồm propylen cacbonat và polyamin bao gồm bis-hexametylen triamin.

26. Chế phẩm mạ điện theo điểm 22, trong đó polyamin bao gồm dietylen triamin, đipropylen triamin, bis-hexametylen triamin, isophoron điamin, 4'-bis-aminoxyclohexylamin, xylylen điamin, N-hydroxyetyl etylen điamin, hexametylen triamin, trisaminoetylamin hoặc hỗn hợp của chúng.

27. Chế phẩm mạ điện theo điểm 22, trong đó polyamin bao gồm amin bậc nhất.

28. Chế phẩm mạ điện theo điểm 27, trong đó amin bậc nhất của polyamin được phản ứng với cacbonat đã nêu.

29. Chế phẩm mạ điện theo điểm 17, trong đó tác nhân hóa rắn bao gồm sản phẩm phản ứng của isoxyanat và rượu.

30. Chế phẩm mạ điện theo điểm 29, trong đó tác nhân hóa rắn bao gồm isoxyanat béo, isoxyanat thơm hoặc hỗn hợp của chúng.

31. Chế phẩm mạ điện theo điểm 30, trong đó tác nhân hóa rắn bao gồm isoxyanat thơm và trong đó isoxyanat thơm được che ít nhất một phần bởi rượu monoprotone (monoprotic alcohol).

32. Chế phẩm mạ điện theo điểm 31, trong đó rượu monoprotone bao gồm metanol, etanol, propanol, isopropyl rượu, butanol, 2-ethylhexanol, butoxyetanol, hexyloxyetanol, 2-ethylhexyloxyetanol, n-butanol, cyclohexanol phenyl carbinol,

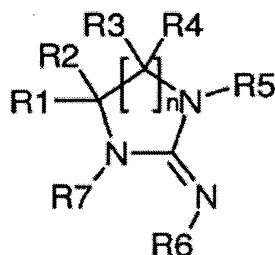
methylphenyl carbinol, etylen glycol monobutyl ete, dietylen glycol monobutylet, etylen glycol monometylet, propylen glycol monometylet hoặc hỗn hợp của chúng.

33. Chế phẩm mạ điện theo điểm 17, trong đó tác nhân hóa rắn bao gồm sản phẩm phản ứng của guanidin và isoxyanat.

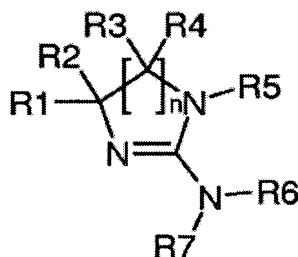
34. Chế phẩm mạ điện theo điểm 33, trong đó isoxyanat bao gồm isoxyanat béo, isoxyanat thơm hoặc hỗn hợp của chúng.

35. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó guanidin vòng có công thức cấu tạo (II) và/hoặc (III)

(II)



(III)

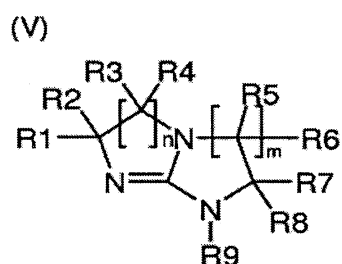
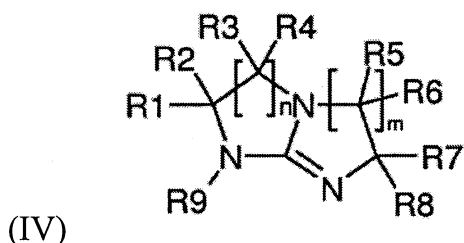


trong đó mỗi R1, R2, R3, R4, R5, R6, R7 bao gồm hydro, alkyl vòng, aryl, vòng thơm, cơ kim, cấu trúc polyme hoặc cùng nhau có thể tạo alkyl vòng, aryl hoặc cấu trúc vòng thơm và trong đó R1, R2, R3, R4, R5, R6 và R7 có thể là giống nhau hoặc khác nhau và trong đó $n \geq 1$.

36. Chế phẩm mạ điện theo điểm 35, trong đó $n \geq 2$.

37. Chế phẩm mạ điện theo điểm 36, trong đó $n \geq 3,8$

38. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó guanidin vòng là đa vòng và có công thức cấu tạo (IV) và/hoặc (V):



trong đó mỗi R1, R2, R3, R4, R5, R6, R7, R8 hoặc R9 bao gồm hydro, alkyl vòng, aryl, vòng thơm, cơ kim, cấu trúc polyme hoặc cùng nhau có thể tạo alkyl vòng, aryl hoặc cấu trúc thơm và trong đó R1, R2, R3, R4, R5, R6, R7, R8 và R9 có thể là giống nhau hoặc khác nhau và trong đó cả n và m đều ≥ 1 và trong đó n và m có thể là giống nhau hoặc khác nhau.

39. Chế phẩm mạ điện theo điểm 38, trong đó $n = m$.

40. Chế phẩm mạ điện theo điểm 39, trong đó n và $m = 1$.

41. Chế phẩm mạ điện theo điểm 39, trong đó n và $m = 2$.

42. Chế phẩm mạ điện theo điểm 38, trong đó n không bằng m .

43. Chế phẩm mạ điện theo điểm 42, trong đó $n = 1$ và $m = 2$.

44. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó guanidin vòng không được thế.

45. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó guanidin vòng được thế.

46. Chế phẩm mạ điện theo điểm 44, trong đó guanidin vòng bao gồm 1,5,7-triazabicyclo[4.4.0]dec-5-ene.

47. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó chế phẩm mạ điện này còn bao gồm kim loại, kim loại oxit, muối kim loại, alkyl kim loại, alkyl kim loại oxit, alkyl muối kim loại hoặc hỗn hợp của chúng.

48. Chế phẩm mạ điện theo điểm 47, trong đó kim loại, kim loại oxit, muối kim loại, alkyl kim loại, alkyl kim loại oxit, alkyl muối kim loại bao gồm bismut, thiếc, ytri, lantan, coban, xeri, magie, kẽm, ziriconi, titan, magie, vonfram, molybden hoặc hỗn hợp của chúng.

49. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó guanidin vòng của vòng guanidin bao gồm từ 0,01% đến 7% trọng lượng tính theo tổng trọng lượng các nhựa rắn của chế phẩm mạ điện.

50. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó guanidin vòng này có mặt với lượng từ 0,2% đến 4% trọng lượng tính theo tổng trọng lượng nhựa rắn của chế phẩm mạ điện.

51. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó chế phẩm mạ điện này bao gồm chất mang chính và trong đó chất mang chính này bao gồm guanidin vòng.

52. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó chế phẩm mạ điện này bao gồm chất mang nghiền và trong đó chất mang nghiền này bao gồm guanidin vòng.

53. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó chế phẩm mạ điện này còn bao gồm chất phụ gia điều chỉnh vết lõm và trong đó chất phụ gia điều chỉnh vết lõm này bao gồm guanidin vòng.

54. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó chế phẩm mạ điện này còn bao gồm gel tế vi và trong đó gel tế vi này bao gồm guanidin vòng.

55. Chế phẩm mạ điện theo điểm 1, trong đó chế phẩm mạ điện này bao gồm sản phẩm phản ứng của guanidin và thành phần đơn chức.
56. Chế phẩm mạ điện theo điểm 55, trong đó thành phần đơn chức là thành phần mono glycidyl.
57. Chế phẩm mạ điện theo điểm 55, trong đó thành phần mono glycidyl bao gồm phenol glycidal ete, 2 etylhexyl glycidal ete, decanoic axit glycidyl este hoặc hỗn hợp của chúng.
58. Chế phẩm mạ điện bao gồm sản phẩm phản ứng polyme cation của polyme và guanidin vòng, trong đó sản phẩm phản ứng polyme cation bao gồm nhóm chức hoạt tính.
59. Chế phẩm mạ điện theo điểm 58, trong đó polyme bao gồm nhóm chức epoxy và trong đó guanidin vòng được phản ứng vào trong polyme này qua phản ứng của guanidin và nhóm chức epoxy.
60. Chế phẩm mạ điện theo điểm 58, trong đó tác nhân hóa rắn được che ít nhất một phần.
61. Chế phẩm mạ điện theo điểm 58, trong đó tác nhân hóa rắn bao gồm isoxyanat.
62. Chế phẩm mạ điện bao gồm polyme có guanidin vòng và uretan.
63. Chế phẩm mạ điện theo điểm 62, trong đó guanidin vòng được kết hợp vào trong polyme qua phản ứng với nhóm chức epoxy của polyme.
64. Chế phẩm mạ điện theo điểm 62, trong đó uretan được dẫn xuất từ sản phẩm phản ứng của polyamin và cacbonat vòng và trong đó sản phẩm phản ứng được phản ứng vào trong polyme này thông qua phản ứng với nhóm chức epoxy của polyme.
65. Chế phẩm mạ điện theo điểm 64, trong đó sản phẩm phản ứng bao gồm amin bậc nhất và amin bậc hai và trong đó sản phẩm phản ứng được phản ứng vào trong

polyme này thông qua phản ứng của amin bậc hai với nhóm chức epoxy của polyme.

66. Nền được mạ bởi chế phẩm mạ điện theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 65.