



(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)



1-0023604

(51)⁷ C09D 163/00

(13) B

-
- (21) 1-2013-02777 (22) 05/03/2012
(86) PCT/EP2012/053695 05/03/2012 (87) WO2012/119968 13/09/2012
(30) 11157163.4 07/03/2011 EP; 61/474,858 13/04/2011 US
(45) 25/05/2020 386 (43) 25/12/2013 309A
(73) AKZO NOBEL COATINGS INTERNATIONAL B.V. (NL)
Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem, the Netherlands
(72) JACKSON Paul Anthony (GB); JONES Peter Robert (GB)
(74) Công ty TNHH Tư vấn sở hữu trí tuệ Việt (VIET IP CO.,LTD.)
-

(54) CHẾ PHẨM TẠO LỚP PHỦ, BỒN CHỨA VẬN CHUYỂN ĐƯỢC PHỦ BẰNG
CHẾ PHẨM PHỦ NÀY VÀ PHƯƠNG PHÁP TẠO LỚP PHỦ BỒN CHỨA VẬN
CHUYỂN

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm có thể được sử dụng làm lớp phủ lót bên trong của các bồn chứa. Chế phẩm này bao gồm hỗn hợp nhựa epoxy, chất hoá rắn, chất tăng tốc hoặc hỗn hợp chất tăng tốc, và một hoặc nhiều chất độn hoặc chất màu, trong đó hỗn hợp nhựa epoxy trên cơ sở nhựa RDGE (resorxinol diglycidyl ete) epoxy với lượng nằm trong khoảng từ 60% đến 80% khối lượng và nhựa epoxy novolac với lượng nằm trong khoảng 20% đến 40% khối lượng, trong đó tỷ lệ % khối lượng này được tính theo tổng khối lượng hỗn hợp nhựa epoxy.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm có thể được sử dụng để tạo lớp phủ cho phần bên trong của bồn chứa dùng để vận chuyển các loại hoá chất lỏng bằng đường bộ hoặc bằng đường biển.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trên toàn thế giới có hơn 5000 loại hoá chất lỏng được vận chuyển, thường là trong các bồn chứa vận chuyển. Các hoá chất này bao gồm từ dạng hoàn toàn vô hại đến dạng có tính ăn mòn cực cao đối với thép và hoặc các vật liệu khác được sử dụng để làm các bồn chứa này. Thông thường, các bồn chứa này được phủ lớp lót. Lớp lót bồn chứa này phải có hai chức năng quan trọng là ngăn ngừa vỏ hàng hoá (thông thường bằng thép) tiếp xúc với hàng hoá (nguy cơ ăn mòn) và ngăn ngừa hàng hoá tiếp xúc với vỏ hàng hoá (nguy cơ nhiễm bẩn).

Việc lựa chọn đúng các hệ tạo lớp phủ bồn chứa có thể có tác động đáng kể đến mức lợi nhuận, ảnh hưởng đến loại hàng hoá mà tàu thuyền có thể vận chuyển và các vấn đề liên quan đến vận hành như thời gian bốc dỡ hàng trên tàu và thời gian làm sạch bồn chứa.

Các lớp lót bồn chứa không phải kim loại có thể dựa trên cơ sở công nghệ tạo lớp phủ epoxy. Cụ thể, có thể sử dụng các lớp phủ chứa hợp chất epoxy có độ nhớt thấp.

Ví dụ, đã biết lớp phủ lót cho bồn chứa trên cơ sở nhựa epoxy novolac, và các lớp phủ trên cơ sở nhựa RDGE (resorxinol diglycidyl ete) epoxy. Các hệ tạo lớp phủ tương tự cũng được mô tả trong WO 90/08168 và US 20020006484.

Đã phát hiện ra rằng, đối với lớp phủ lót bồn chứa trên cơ sở nhựa epoxy novolac, có thể xảy ra hiện tượng hấp thu các loại hoá chất khác nhau được vận chuyển trong các bồn chứa. Cũng đã phát hiện ra rằng, các lớp phủ trên cơ sở nhựa epoxy novolac có thể bị hư hại khi chịu tải trọng tuần hoàn của các loại hoá chất khác nhau. Cũng có

nhược điểm này, mặc dù ở mức độ ít hơn, ở lớp phủ lót bồn chứa trên cơ sở nhựa RDGE epoxy.

KR962259 đề cập đến chế phẩm nhựa epoxy hoà tan trong nước có thể được sử dụng trong sơn. Chế phẩm này chứa nhựa epoxy dạng bisphenol A hoặc bisphenol F và các chất pha loãng có hoạt tính. Các chất pha loãng có hoạt tính có thể được chọn từ nhóm lớn ete glycidyl, bao gồm resorxinol diglycidyl ete. Tuy nhiên, tài liệu này không gợi ý hay đề xuất việc sử dụng sơn này làm lớp lót cho bồn chứa.

Rất cần có lớp phủ lót bồn chứa cải tiến để có thể sử dụng được cho nhiều loại hoá chất và bền với tải trọng tuần hoàn.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Bất ngờ là, đã phát hiện ra rằng chế phẩm theo sáng chế có thể được sử dụng làm lớp phủ lót cho bồn chứa có mức hấp thụ rất thấp đối với hoá chất lỏng được vận chuyển trong các bồn chứa và cũng có thể chịu được tải trọng tuần hoàn của các loại hoá chất khác nhau.

Theo một phương án thực hiện, chế phẩm theo sáng chế là chế phẩm tạo lớp phủ bao gồm:

- a. hỗn hợp chứa nhựa epoxy,
- b. chất hoá rắn,
- c. chất tăng tốc hoặc hỗn hợp chất tăng tốc, và
- d. một hoặc nhiều chất độn hoặc chất màu.

Khác biệt ở chỗ, hỗn hợp nhựa epoxy trên cơ sở nhựa RDGE epoxy với lượng nằm trong khoảng từ 60% đến 80% khối lượng và nhựa epoxy novolac với lượng nằm trong khoảng từ 20% đến 40% khối lượng, trong đó tỷ lệ % khối lượng này được tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp nhựa epoxy.

Theo một phương án thực hiện, ít nhất một trong số các chất tăng tốc làm tăng tốc độ phản ứng homopolyme hoá giữa các nhóm epoxy của nhựa epoxy. Thích hợp là, ít nhất một trong số chất tăng tốc cũng làm tăng tốc độ phản ứng hoá rắn giữa các nhóm

epoxy của nhựa epoxy và các nhóm chức có nguyên tử hydro hoạt tính của chất hoá rắn.

Chế phẩm theo sáng chế bao gồm hỗn hợp nhựa epoxy. Hỗn hợp này chứa trong khoảng từ 60% đến 80% khối lượng nhựa RDGE epoxy và trong khoảng 20% đến 40% khối lượng nhựa epoxy novolac, trong đó tỷ lệ % khối lượng này được tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp nhựa epoxy.

Theo phương án thực hiện khác, hỗn hợp này chứa trong khoảng từ 70% đến 80% khối lượng nhựa RDGE epoxy và trong khoảng 20% đến 30% khối lượng nhựa epoxy novolac, trong đó tỷ lệ % khối lượng này được tính theo tổng khối lượng của hỗn hợp nhựa epoxy.

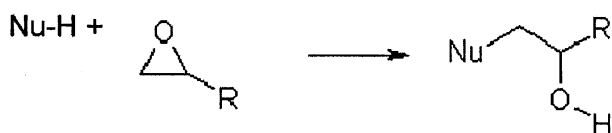
Mô tả chi tiết sáng chế

Nhựa RDGE epoxy có thể được sử dụng trong chế phẩm theo sáng chế thường là hợp chất epoxy có độ nhớt thấp với khối lượng đương lượng epoxy nằm trong khoảng từ 120 đến 135 g/ đương lượng.

Ví dụ về nhựa epoxy novolac thích hợp có thể được sử dụng trong chế phẩm theo sáng chế bao gồm DEN 431 và DEN 438 (của DOW Chemicals). Các hợp chất epoxy này có khối lượng đương lượng epoxy nằm trong khoảng từ 172 đến 181 g/ đương lượng.

Khối lượng đương lượng epoxy là khối lượng của nhựa epoxy cần thiết để tạo ra một mol (hoặc một đương lượng) nhóm chức epoxy.

Do nhựa epoxy về bản chất là ưa điện tử nên chúng thường phản ứng với các chất ái nhân. Chất hoá rắn, theo sáng chế này, bao gồm nhóm chức các chất ái nhân phản ứng với nhóm epoxy. Trong quá trình phản ứng mở vòng epoxit bằng các chất ái nhân (nhóm chức các chất ái nhân), nguyên tử hydro được chuyển này được gọi là “hydro hoạt tính”.



Vì vậy, thường xác định khối lượng đương lượng của chất ái nhân về khối lượng đương lượng hydro hoạt tính. Lượng chất ái nhân cần thiết để tạo ra một mol (hoặc một “đương lượng”) nguyên tử hydro có thể chuyển vào epoxy đã mở vòng đơn giản. Vì vậy, khối lượng đương lượng hydro hoạt tính của chất hoá rắn amin là khối lượng của chất hoá rắn để tạo ra một mol (hoặc một “đương lượng”) nhóm N-H.

Chất hoá rắn amin bậc một, ví dụ sẽ có hai hydro hoạt tính vì nó có thể phản ứng với hai nhóm epoxit.

Ví dụ về nhóm chức (các chất ái nhân) trên chất hoá rắn có hydro hoạt tính bao gồm amin (amin bậc một và bậc hai), thiol, axit carboxylic, anhydrit và rượu như phenol.

Tác giả sáng chế cũng hiểu rằng chế phẩm tạo lớp phủ theo sáng chế hoá rắn bằng cơ chế/ quy trình hoá rắn kép. Hoá rắn kép nghĩa là chế phẩm tạo lớp phủ hoá rắn theo hai cơ chế: (1) bằng cách cho các nhóm epoxy của nhựa epoxy phản ứng với các nhóm chức có hydro hoạt tính trong chất hoá rắn, và (2) bằng phản ứng ngay giữa các nhóm epoxy của nhựa epoxy (đôi khi được gọi là “homopolyme hoá epoxy”)

Tin rằng quy trình hoá rắn kép dẫn đến tạo ra màng hoá rắn có tỷ trọng liên kết chéo cao hơn so với tỷ trọng đạt được bằng một quy trình hoá rắn đơn, tỷ trọng liên kết chéo cao hơn là có lợi do giảm được mức hấp thụ của hàng hoá dạng lỏng vào lớp phủ đã hoá rắn.

Chế phẩm tạo lớp phủ theo sáng chế có thể là dạng chế phẩm 1 gói hoặc chế phẩm 2 gói, thích hợp nhất là chế phẩm 2 gói.

Chế phẩm 2 gói sẽ chứa chất hoá rắn trong gói riêng rẽ. Do đó, gói 1 sẽ chứa hỗn hợp nhựa epoxy, gói 2 sẽ chứa chất hoá rắn phản ứng epoxy và chất tăng tốc.

Chất hoá rắn (tức là “chất hoá rắn phản ứng epoxy”) có mặt trong chế phẩm có thể là chất hoá rắn bất kỳ đã biết thông thường là chất hoá rắn cho nhựa epoxy. Ví dụ là chất hoá rắn nhựa phenol, chất hoá rắn polyamin, chất hoá rắn polythiol, chất hoá rắn poly anhydrit, và chất hoá rắn axit polycarboxylic, với chất hoá rắn polyamin được ưu tiên.

Ví dụ về chất hoá rắn nhựa phenol là nhựa phenol novolac, nhựa bisphenol novolac, và poly p-vinylphenol.

Ví dụ về chất hoá rắn polyamin là dietylen triamin, trietylen tetramin, tetraetylen pentamin, đixyandiamit, polyamit-amin, nhựa polyamit, hợp chất ketimin, isophoron diamin, m-xylene diamin, m-phenylene diamin, 1,3-bis(aminometyl)cyclohexan, bis(4-aminocyclohexyl) metan, N-aminoethyl piperazin, 4,4'-diaminodiphenyl metan, 4,4'-diamino-3,3'-diethyl-diphenyl metan, và diaminodiphenyl sulfon, phenalkamin, các bazơ mannich. Chất hoá rắn chất lượng thương phẩm của polyamin bất kỳ trong số các polyamin này có thể được sử dụng. Sản phẩm cộng của amin bất kỳ trong số các amin này cũng có thể được sử dụng. Các sản phẩm cộng như vậy có thể được điều chế bằng cách cho amin phản ứng với chất phản ứng thích hợp như nhựa epoxy. Việc điều chế này sẽ làm giảm hàm lượng amin tự do của chất hoá rắn, giúp nó thích hợp hơn khi sử dụng trong các điều kiện nhiệt độ thấp và/hoặc độ ẩm cao.

Ví dụ về chất hoá rắn axit polycarboxylic bao gồm anhydrit phthalic, anhydrit tetrahydrophthalic, anhydrit metyltetrahydrophthalic, anhydrit 3,6-endometylentetrahydrophthalic, anhydrit hexacloendometylentetra-hydrophthalic, và anhydrit methyl-3,6-endometylentetrahydrophthalic.

Theo một phương án thực hiện được ưu tiên theo sáng chế, chất hoá rắn là chất hoá rắn polyamin.

Theo một phương án theo sáng chế, tốt hơn là lượng chất hoá rắn có mặt trong chế phẩm tạo lớp phủ sao cho tỷ lệ đương lượng (tức là tỷ lệ mol) giữa hydro hoạt tính trong chất hoá rắn và các nhóm epoxy của hỗn hợp nhựa epoxy nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,4. Tỷ lệ giữa hydro hoạt tính và các nhóm epoxy này có thể làm cho chế phẩm tạo lớp phủ hoá rắn một cách hiệu quả nhờ quy trình hoá rắn kép.

Theo một phương án thực hiện được ưu tiên theo sáng chế, chất hoá rắn là chất hoá rắn polyamin, và tốt hơn là lượng chất hoá rắn polyamin có mặt trong chế phẩm tạo lớp phủ sao cho tỷ lệ đương lượng (tức là tỷ lệ mol) giữa hydro hoạt tính và các nhóm epoxy nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,4.

Theo một phương án thực hiện theo sáng chế này, khi chất hoá rắn chứa mỗi nhóm chức có một hydro hoạt tính, thì lượng chất hoá rắn có mặt trong chế phẩm tạo lớp phủ sao cho tỷ lệ đương lượng giữa các nhóm chức có hydro hoạt tính trong chất hoá rắn và các nhóm epoxy của hỗn hợp nhựa epoxy nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,4.

Có lợi nếu, khi chất hoá rắn là chất hoá rắn polyamin, việc hoá rắn giữa epoxy và các nhóm amin có thể được thực hiện ở các nhiệt độ xung quanh, ví dụ, nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 50°C.

Khi chế phẩm tạo lớp phủ bao gồm chất hoá rắn polyamin, và nó được bào chế sao cho tỷ lệ đương lượng/mol giữa epoxy: hydro hoạt tính nằm trong khoảng từ 1:0,2-0,6 (tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1:0,2-0,4), chế phẩm tạo lớp phủ có thể khô và cứng lại do hoá rắn epoxy và các nhóm amin trong các điều kiện xung quanh (ví dụ, nằm trong khoảng từ 0°C đến 50°C) đến mức sao cho nước có thể được phun lên lớp phủ hoặc lớp phủ có thể được xử lý bằng vật lý mà không làm phá vỡ bề mặt lớp phủ. Tiếp theo là làm nóng lớp phủ này, ví dụ, đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C lên đến 80 °C hoặc 100°C hoặc 130°C hoặc cao hơn (như nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60°C đến 80°C) sẽ gây ra homopolyme hoá nhóm epoxy. Việc làm nóng lớp phủ như vậy có thể đạt được theo một số cách, ví dụ, bằng cách (a) cho bề mặt đã phủ tiếp xúc với hàng hoá nóng, (b) làm nóng bằng không khí nóng bề mặt đã phủ, hoặc (c) phun nước nóng lên bề mặt đã phủ. Để đạt được homopolyme hoá, tốt hơn là chất tăng tốc thúc đẩy homopolyme hoá (thông thường là imidazol) cần phải có mặt.

Chất tăng tốc làm tăng tốc độ phản ứng homopolyme hoá, nói chung cũng làm tăng tốc độ phản ứng giữa các nhóm epoxy của nhựa epoxy và các nhóm chức của chất hoá rắn có hydro hoạt tính.

Ví dụ về chất tăng tốc đã biết để làm tăng tốc độ phản ứng hoá rắn giữa nhựa epoxy và chất hoá rắn bao gồm rượu, phenol, axit carboxylic, axit sulphonic, và muối sau:

Rượu: Etanol, 1-propanol, 2-proanol, 1-butanol, 2-butanol, t-butanol, rượu benzylic, rượu furfurylic, và rượu alkylic khác, propandi-ol, butandi-ol, glyxerol và các

ruợu đa chức khác, trietanolamin, tri-isopropanolamin, đimetylaminol và β -hydroxy amin bậc ba khác.

Phenol: Phenol, 2-clophenol, 4-clophenol, 2,4-điclophenol, 2,4,6-triclophenol, 2-nitrophenol, 4-nitrophenol, 2,4-đinitrophenol, 2,4,6-trinitrophenol, 4-xyanophenol, o-cresol, m-cresol, p-cresol, 4-etylphenol, 4-isopropylphenol, 2,4-đimetylphenol, 3,5-đimetylphenol, nonyl phenol, eugenol, isoeugenol, cardanol và phenol được alkyl hoá khác, 2,2'-đihydroxybiphenyl, 2,4'-đihydroxybiphenyl, 4,4'-đihydroxybiphenol, bisphenol A, bisphenol F, catechol, 4-t-butyl catechol, resorxinol, 4-hexylresorxinol, orxinol, hydroquinon, naphtalendiol, antraxendiol, biphenylendiol và phenol dihydric được thế khác, phlorogluxinol, phlorogluxit, calixaren, poly(4-vinylphenol) và phenol đa chức khác.

Axit carboxylic: axit axetic, axit propanoic, axit butyric, axit lactic, axit phenyl axetic và các axit alkyl carboxylic khác, axit malonic, axit oxalic, axit maleic, axit fumaric và axit hai bazơ khác hoặc các monoester của chúng, axit benzoic, axit 4-t-butyl benzoic, axit salixylic, 3,5-điclosalixylic axit, axit 4-nitrobenzoic and các axit thơm khác.

Axit sulphonic: axit metansulphonic và axit alkyl sulphonic, axit p-toluensulphonic, axit 4-đodexylbensensulphonic, và các axit sulphonic thơm khác, axit naphtalen disulphonic, axit đi-nonyl naphtalen disulphonic và các axit sulphonic đa chức khác.

Muối: Canxi nitrat, canxi naphtenat, ammoni thioxyanat, natri thioxyanat, kali thioxyanat, imidazolin thioxyanat, liti tetrafloroborat, liti bromua, liti trifloaxetat, canxi clorua, ytebi triflat, liti perclorat, kẽm triflat, liti nitrat. Đối với tất cả các muối này, cation có thể được trao đổi với liti, natri hoặc kali.

Ví dụ về chất tăng tốc homopolyme hoá thích hợp là amin bậc ba như 1,8-điaza-bixyclo[5,4,0]undec-7-en, trietylen điamin, benzyldimetylamin, trietanolamin, đimetylaminol, và tris(đimetylaminometyl)phenol; imidazol như 1-metylimidazol, 2-metylimidazol, 2-phenylimidazol, 2-phenyl-4-metylimidazol, 2-etyl-4-metyl imidazol và 2-heptadexylimidazol và diazabyxyclo octan. Các chất tăng tốc

homopolyme hoá này cũng làm tăng tốc độ hoá rắn giữa các nhóm epoxy của nhựa epoxy và các nhóm chức của chất hoá rắn có hydro hoạt tính.

Chất tăng tốc được ưu tiên trong phạm vi của đơn này bao gồm, amin bậc ba như 1,8-điaza-bixyclo[5,4,0]undec-7-en, trietylen điamin, benzyldimetylamin, trietanolamin, dimethylaminoethanol, và tris(dimethylaminometyl)phenol; imidazol như 1-metylimidazol, 2-metylimidazol, 2-phenylimidazol, 2-phenyl-4-metylimidazol, 2-etyl-4-metyl imidazol và 2-heptadexylimidazol và diazabyxyclo octan, tùy ý cùng với một hoặc nhiều nonyl phenol; axit salixylic; diazabyxyclo octan; canxi nitrat.

Chất tăng tốc được sử dụng thích hợp với lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 5 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng hỗn hợp nhựa epoxy.

Trong chế phẩm 2 gói, chất tăng tốc phải có mặt trong gói 2 (chứa chất hoá rắn amin). Không đề xuất chất tăng tốc có mặt trong gói 1 (chứa hỗn hợp nhựa epoxy) vì điều này có thể rút ngắn thời hạn sử dụng.

Chế phẩm tạo lớp phủ theo sáng chế bao gồm một hoặc nhiều chất màu và/hoặc chất độn. Một hoặc nhiều chất màu có thể là chất tạo màu, ví dụ, titan đioxit (chất tạo màu trắng), chất tạo màu như sắt oxit vàng hoặc đỏ hoặc chất màu phtaloxyanin. Một hoặc nhiều chất màu có thể là chất màu làm bền như sắt oxit mica, tinh thể silic đioxit và wollastonit. Một hoặc nhiều chất màu có thể là chất màu chống ăn mòn như kẽm phosphat, molybđat hoặc phosphonat. Một hoặc nhiều chất màu có thể là chất độn màu như baryt, bột đa talc, fenspat, hoặc canxi cacbonat.

Chế phẩm có thể chứa một hoặc nhiều thành phần khác nữa, ví dụ, chất làm đặc hoặc chất lưu biến như silic oxit dạng hạt mịn, đất sét bentonit, dầu thầu dầu được hydro hoá, hoặc sáp polyamit. Chế phẩm có thể còn chứa chất làm mềm dẻo, chất phân tán màu, chất làm ổn định, chất trợ dòng, chất tăng cường bám dính, hoặc dung môi làm đặc.

Chế phẩm theo sáng chế có thể được hoá rắn ở nhiệt độ môi trường, hoặc ở nhiệt độ tăng (bằng cách sử dụng đèn IR), ví dụ, nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 80°C lên đến 100 hoặc 130°C, để làm tăng tốc độ hoá rắn.

Chế phẩm theo sáng chế là đặc biệt thích hợp để sử dụng làm lớp phủ lót các bồn chứa. Chế phẩm tạo lớp phủ có thể được đưa trực tiếp lên bề mặt của bồn chứa lớp lót/lớp hoàn thiện, tức là chế phẩm có thể chỉ được sử dụng làm lớp phủ bảo vệ trên nền.

Vì vậy, sáng chế cũng mô tả (i) việc sử dụng chế phẩm tạo lớp phủ như được mô tả trên đây lớp lót/ lớp hoàn thiện, (ii) về mặt của bồn chứa được phủ bằng lớp phủ chế phẩm như được mô tả trên đây, và (iii) phương pháp tạo lớp phủ bề mặt của bồn chứa bằng cách đưa lên bề mặt này chế phẩm tạo lớp phủ như được mô tả trên đây, và cho chế phẩm tạo lớp phủ hoá rắn trong các điều kiện xung quanh (lên đến 50°C), và tùy ý làm nóng bề mặt đã phủ đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 80°C lên đến 100°C hoặc 130°C.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được giải thích dựa vào các ví dụ sau. Các ví dụ này nhằm minh họa sáng chế nhưng không giới hạn phạm vi sáng chế theo cách bất kì.

Ví dụ 1-2

Hai dạng lớp lót hàng hoá khác nhau được điều chế bằng cách trộn các thành phần như được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây:

Bảng 1: Thành phần của chế phẩm

	Ví dụ 1	Ví dụ 2
Nhựa RDGE	27,9	18,3
Nhựa epoxy novolac	8,6	18,3
Chất lưu biến	2,1	2,1
BaSO ₄	25,8	25,8
TiO ₂	3,7	3,7
Muội than	0,1	0,1
Fenspat	15	15

Xylen	9,3	9,3
Chất hoá rắn amin béo	5,2	5,2
Chất xúc tác imidazol	1,5	1,5
Chất xúc tác amin bậc ba	0,7	0,7

Tất cả các thành phần đều được trộn trong máy trộn ở nhiệt độ trong phòng. Chất hoá rắn và chất xúc tác được điều chế một cách riêng rẽ với các thành phần khác. Hỗn hợp chất hoá rắn/ chất xúc tác được bổ sung vào các hợp phần khác trong thời gian ngắn trước khi đưa chế phẩm lên nền.

Ngoài hai lớp phủ này, hai dạng lớp phủ lót cho bồn chứa đều đang bán trên thị trường được thử nghiệm, tức là Interline 994 (mua của International Paint) và APC Marineline (mua của Advanced Polymer Coatings). Interline 994 là lớp phủ lót bồn chứa trên cơ sở nhựa epoxy novolac, APC Marineline là lớp phủ lót bồn chứa trên cơ sở nhựa RDGE epoxy.

Các dạng chế phẩm tạo lớp phủ lót hàng hoá khác nhau được đưa lên các tấm thép. Chế phẩm tạo lớp phủ được để hoá rắn ở 23°C cho đến khi khô cứng (hoá rắn epoxy-amin). Sau đó, các tấm này được hoá rắn tiếp bằng cách đặt vào tủ sấy ở 80°C trong 16 giờ (hoá rắn bằng homopolyme hoá). Các tấm đã phủ này được đặt vào bên trong đồ chứa bằng thép, và sau đó đồ chứa bằng thép được nạp liên tục hàng hoá dạng lỏng theo trình tự được thể hiện trong Bảng 2. Sau mỗi chu trình, tấm thép được kiểm tra về mức hư tổn và/hoặc mức biến màu và được để thông gió trước khi bắt đầu chu trình tiếp theo. Các tấm thép không được rửa trong quá trình thử nghiệm, nhưng nếu bị nhiễm bẩn nhiều sau khi thông gió thì chúng sẽ được lau sạch.

Khi vượt qua một chu trình thành công, điểm số được ghi là 1 điểm. Nếu lớp phủ quan sát được không đạt yêu cầu, thử nghiệm được dừng lại. Điểm số của các dạng lớp phủ khác nhau được thể hiện trong Bảng 3. Trong bảng này, điểm số bằng 20 chỉ ra rằng 20 chỉ ra rằng lớp phủ đã vượt qua tất cả các chu trình thử nghiệm mà không gây hư hại nghiêm trọng bất kỳ nào cho lớp phủ như phòng giộp. Điểm số bằng 5 trong thử

nghiệm chỉ ra rằng thử nghiệm được dừng lại sau chu trình 5 do làm hư hại cấu trúc nghiêm trọng lớp phủ.

Bảng 2: Tổng quan về các chu trình thử nghiệm

Chu trình	Thử nghiệm số									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	MA	MeOH	DCM	AA	VAM	50FW	TCE	EEA	AC	MeAc
2	BE	AC	XY	DCM	AA	MeOH	CIE	50% NaOH	MA	50FW
3	CIE	VAM	AA	20% NaOH	MeAc	50FW	EtAc	MeOH	DCM	EDC
4	CH	TCE	TOL	HMDA	DCM	VAM	50FW	50% NaOH	EDC	MeOH
5	AC	MeAc	HMDA	50% NaOH	TCE	50FW	MA	BuOH	50FW	AA
6	MEG	CIE	SSA	50FW	EDC	AC	50FW	VAM	EtAc	DCM
7	50FW	EDC	GAA	AA	EEA	CIE	MeOH	TCE	20% NaOH	VAM
8	MEG	MeOH	MTBE	CIE	AC	EDC	50FW	AA	50FW	20%

50FW = 50°C nước sạch	DCM = Điclometan	HMDA = 70% Hexametylan điamin
AA = Axetic Anhydrit	DEA = Dietanolamin	MA = Metyl Acrylat
AC = Axeton	(Sản phẩm chưng cất Naphtalen, Shellsol TV)	MeAc = Metyl Axetat
AN = Acrylonitril		MeOH = Metanol
BA = Rượu Benzylic	EDA = Etylen Diamin	MiBK = Metyl-iso-Butyl keton
BE = Benzen	EDC = Etylen Diclorit	MTBE = Metyl bậc ba-Butyl Ete
BuOH = Butanol	TOL = Toluene	NaOH = Natri Hydroxit (50% dung dịch trong nước)
Xenlosolve = Etoxy Etanol	VAM = Vinyl Axetat Monome	
CH = Xyclohexan	EEA = Etoxy etyl Axetat (Xenlosolve Axetat)	SSA = Trimetylbenzen
CIE = Etanol công nghiệp thô (90:10 Etanol/Nước)	EtAc = Etyl Axetat	TCE = Tricloetylen
	GAA = Axít Axetic băng	XY = Xylen

Bảng 3: Kết quả điểm số trong các chu trình thử nghiệm

Thử nghiệm số	Hỗn hợp 75/25 Ví dụ 1	Hỗn hợp 50/50 Ví dụ 2*	100% novolac Interline 994*	100% RDGE APC Marineline*
1	20	20	20	20
2	20 ¹	20 ¹	2	20 ¹
3	20 ¹	14	1	20 ¹
4	9	9	3	6
5	20 ¹	14	9	20 ¹
6	20	13	5	13
7	20	18	14	20
8	20 ¹	20 ¹	12	20 ¹
9	20	17	11	8
10	10 ¹	10 ¹	8	10 ¹
Tổng điểm	179	155	85	157

*) Ví dụ so sánh

¹) (một số) mức biến màu quan sát được

Ví dụ 3:

Lớp phủ lót hàng hoá có thành phần giống như của Ví dụ 1 trên đây được điều chế theo cùng cách như được mô tả trên đây.

Ngoài lớp phủ này, hai dạng lớp phủ lót cho bồn chứa đều đang bán trên thị trường được thử nghiệm, tức là Interline 994 (mua của International Paint) và APC Marineline (mua của Advance Polyme Coatings). Interline 994 là lớp phủ lót bồn chứa

trên cơ sở nhựa epoxy novolac, APC Marineline là lớp phủ lót bồn chứa trên cơ sở nhựa RDGE epoxy.

Các dạng lớp phủ lót bồn chứa khác nhau được đưa lên các tấm thép. Chế phẩm tạo lớp phủ được để hoá rắn ở 23°C cho đến khi khô cứng (hoá rắn epoxy-amin). Sau đó, các tấm này được hoá rắn tiếp bằng cách đặt vào tủ sấy ở 80°C trong 16 giờ (hoá rắn bằng homopolyme hoá). Các tấm đã phủ này được đặt vào bên trong đồ chứa bằng thép, và sau đó đồ chứa bằng thép được nạp liên tục hàng hoá dạng lỏng theo trình tự được thể hiện trong Bảng 5. Sau mỗi chu trình, tấm thép được kiểm tra về mức hư tổn và/hoặc mức biến màu và được để thông gió trước khi bắt đầu chu trình tiếp theo. Các tấm thép không được rửa trong quá trình thử nghiệm, nhưng nếu bị nhiễm bẩn nhiều sau khi thông gió chúng sẽ được lau sạch.

Khi vượt qua một chu trình thành công, điểm số được ghi là 1 điểm. Nếu lớp phủ quan sát được không đạt yêu cầu, thử nghiệm được dừng lại. Điểm của các dạng lớp phủ khác nhau được thể hiện trong Bảng 6. Trong bảng này, điểm số bằng 30 chỉ ra rằng lớp phủ đã vượt qua tất cả các chu trình thử nghiệm mà không gây hư hại nghiêm trọng bất kì nào cho lớp phủ phòng giộp. Điểm số bằng 5 trong thử nghiệm chỉ ra rằng thử nghiệm được dừng lại sau chu trình 5 do làm hư hại nghiêm trọng cấu trúc của lớp phủ.

Bảng 5: Tổng quan về các chu trình thử nghiệm

Chu trình	Thử nghiệm số									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	MA	MeOH	DCM	AA	VAM	50FW	TCE	EEA	AC	MeAc
2	BE	AC	XY	DCM	AA	MeOH	CIE	50% NaOH	MA	50FW
3	CIE	VAM	AA	20% NaOH	MeAc	50FW	EtAc	MeOH	DCM	EDC
4	CH	TCE	TOL	HMDA	DCM	VAM	50FW	50% NaOH	EDC	MeOH
5	AC	MeAc	HMDA	50% NaOH	TCE	50FW	MA	BuOH	50FW	AA
6	MEG	CIE	SSA	50FW	EDC	AC	50FW	VAM	EtAc	DCM
7	50FW	EDC	GAA	AA	EEA	CIE	MeOH	TCE	20% NaOH	VAM
8	MEG	MeOH	MTBE	CIE	AC	EDC	50FW	AA	50FW	20%

21	MA	MeOH	MeAc		VAM	50FW	TCE	EEA	AC	
22	MeOH	AC	XY		AA	MeOH	CIE	50FW	MA	
23	VAM	BA	AA		MeAc	50FW	EtAc	MeOH	HMDA	
24	EEA	TCE	TOL		MeOH	VAM	50FW	MeAc	EDC	
25	TCE	MeAc	HMDA		EDC	50FW	MA	MeOH		
26	MA	CIE	SSA		TCE	MiBK	MeOH	AA		
27	AC	EDC	MeOH		EEA	CIE	SSA	TCE		
28	MeOH	MeOH	MTBE		AC	EDC	HMDA	50FW		
29	CIE	MA	MeOH		VAM	50FW	EEA	EDC		
30	EDC	AC	BuOH		MeAc	MA	CIE	50FW		

Bảng 6: Kết quả điểm số trong các chu trình thử nghiệm

Thử nghiệm số	Hỗn hợp 75/25 Ví dụ 3	100% novolac Interline 994*	100% RDGE APC Marineline*
1	30	22	30
2	30 ¹	2	30 ¹
3	30 ¹	1	30 ¹
4	9	3	6
5	30 ¹	9	30 ¹
6	30	5	13
7	30	14	18
8	28 ¹	12	28 ¹
9	24	11	8
10	10 ¹	8	10 ¹
Tổng điểm	251	87	203

*) Ví dụ so sánh

¹) (một số) mức biến màu quan sát được

YÊU CẦU BẢO HỘ**1. Chế phẩm tạo lớp phủ bao gồm:**

- a. hỗn hợp nhựa epoxy,
- b. chất hoá rắn,
- c. chất tăng tốc hoặc hỗn hợp chất tăng tốc, và
- d. một hoặc nhiều chất độn hoặc chất màu,

khác biệt ở chỗ, hỗn hợp nhựa epoxy chứa trong khoảng từ 60% đến 80% khối lượng nhựa RDGE (resorxinol diglycidyl ete) epoxy và trong khoảng từ 20% đến 40% khối lượng nhựa epoxy novolac, trong đó tỉ lệ % khối lượng này được tính theo tổng khối lượng hỗn hợp nhựa epoxy, và

lượng chất hoá rắn có mặt trong chế phẩm tạo lớp phủ sao cho tỷ lệ đương lượng giữa hydro hoạt tính trong chất hoá rắn và nhóm epoxy của hỗn hợp nhựa epoxy nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6.

2. Chế phẩm tạo lớp phủ theo điểm 1, trong đó ít nhất một trong số chất tăng tốc làm tăng tốc độ phản ứng homopolyme hoá giữa các nhóm epoxy trên nhựa epoxy.

3. Chế phẩm tạo lớp phủ theo điểm 2, trong đó ít nhất một trong số chất tăng tốc làm tăng tốc độ phản ứng hoá rắn giữa các nhóm epoxy của nhựa epoxy và các nhóm chức của chất hoá rắn có hydro hoạt tính.

4. Chế phẩm tạo lớp phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất hoá rắn là chất hoá rắn amin.

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, lượng chất hoá rắn có mặt trong chế phẩm tạo lớp phủ sao cho tỷ lệ đương lượng giữa hydro hoạt tính trong chất hoá rắn và nhóm epoxy của hỗn hợp nhựa epoxy nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,4.

6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, chất hoá rắn là chất hoá rắn polyamin.

7. Phương pháp tạo lớp phủ bồn chứa vận chuyển, khác biệt ở chỗ, phương pháp này sử dụng chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 để phủ.
8. Bồn chứa vận chuyển được phủ bằng chế phẩm phủ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6.