



(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)



1-0025498

(51)⁷ C08F 2/06; C09D 5/03; C08F 2/44

(13) B

(21) 1-2016-04099

(22) 28/04/2015

(86) PCT/EP2015/059118 28/04/2015

(87) WO2015/165860 A1 05/11/2015

(30) 61/986,433 30/04/2014 US; 14176750.9 11/07/2014 EP

(45) 25/09/2020 390

(43) 27/02/2017 347A

(73) Akzo Nobel Coatings International B.V. (NL)

Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem, the Netherlands

(72) CINOMAN, Douglas S. (US); LARSON, Gary Robert (US); WILHELM, Justin E. (US).

(74) Công ty TNHH Tư vấn sở hữu trí tuệ Việt (VIET IP CO.,LTD.)

(54) QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ HỆ NHỰA PHỦ DẠNG BỘT ACRYLIC, QUY TRÌNH ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM PHỦ DẠNG BỘT VÀ LỚP PHỦ TỪ CHẾ PHẨM ĐƯỢC TẠO RA BỞI QUY TRÌNH NÀY

(57) Sáng chế đề xuất quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic bao gồm bước polyme hóa ít nhất một monome acrylic trong dung môi không chứa nước với sự có mặt của hạt siêu hiển vi kỵ nước và chất khơi mào. Sáng chế còn đề xuất quy trình điều chế chế phẩm phủ dạng bột và lớp phủ từ chế phẩm là sản phẩm của quy trình này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột, chế phẩm phủ dạng bột và lớp phủ từ chế phẩm được điều chế bởi quy trình đó. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic bao gồm bước polyme hóa một hoặc nhiều monome acrylic, chẳng hạn như các monome có nhóm chức epoxy, hydroxyl hoặc axit, với sự có mặt của các hạt siêu hiển vi kỵ nước.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các phần lộ ra của vành xe bằng kim loại và bộ phận kim loại khác trên ô tô chạy ở vận tốc cao chịu tác động của đá dăm có thể mài mòn lớp bảo vệ của chúng. Cần có màng cứng và chắc để bảo vệ các phần đó. Hơn nữa, thông thường người ta mong muốn lớp phủ sáng bóng khi sử dụng vành bánh xe hoặc bộ phận trang trí bằng nhôm hoặc hợp kim được rèn. Màng lý tưởng là màng không xốp và bám dính tốt hơn vào kim loại để tránh ăn mòn lan rộng tại giao diện của màng và kim loại (còn gọi là ăn mòn dạng sợi).

Công bố đơn sáng chế Mỹ số 2009/0192247, của Daly và cộng sự (“Daly”), đề cập việc sử dụng chế phẩm phủ dạng bột nhựa acrylic cứng nhiệt có hạt siêu hiển vi kỵ nước làm phương tiện tạo thành các lớp phủ dạng bột đóng rắn chống ăn mòn dạng sợi dùng cho nền bằng nhôm, hợp kim hoặc kim loại được rèn. Daly cũng bộc lộ rằng hạt siêu hiển vi kỵ nước được thêm vào chế phẩm phủ dạng bột trước hoặc trong quá trình trộn kỹ hoặc kết tụ hạt nhựa để tạo thành chế phẩm phủ dạng bột và trở thành phần của hạt hoặc khối kết tụ phủ dạng bột, hoặc phần của các hạt siêu hiển vi kỵ nước được sử dụng có thể được trộn sau hoặc trộn khô, tức là dưới dạng các hạt riêng rẽ, với chế phẩm phủ dạng bột đã được trộn kỹ. Công bố đơn sáng chế Mỹ số 2014/00509285, của Gebauer và cộng sự, đề cập đến chất trợ lưu biến siêu hiển vi kỵ nước được trộn với chất liên kết và chất làm mờ để tạo thành hỗn hợp đồng thể.

Công số đơn sáng chế châu Âu số EP 2048116, của ChemIP B.V., đề cập đến hạt nano được cung cấp nhóm chức silanol hữu cơ mà được tạo thành trong hỗn hợp nước/dung môi đẳng phí và xử lý tiếp đến khi đạt được hàm lượng nước mong muốn. Có thể thêm nước vào chế phẩm phủ nếu muốn.

Mặc dù đến nay chế phẩm phủ dạng bột truyền thống có chứa hạt siêu hiển vi kỵ nước đã tạo khả năng chống ăn mòn dạng sợi khá tốt, vẫn còn nhu cầu đối với chế phẩm phủ dạng bột được cải tiến, đặc biệt là dùng dưới dạng lớp phủ bề mặt trong suốt, cho các ứng dụng sơn phủ đồ trang trí xe ô tô hoặc vành bánh xe ô tô, cải thiện lớp phủ dạng bột đã đóng rắn về độ nhẵn, độ cứng, độ bền đối với hóa chất, khả năng chịu tác động của thời tiết, nhưng vẫn giữ độ sáng tốt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất hệ nhựa phủ dạng bột được tạo thành bằng cách (co)polyme hóa monome acrylic dạng trong dung dịch với sự có mặt của hạt siêu hiển vi kỵ nước trong dung môi không chứa nước. Quá trình polyme hóa các monome acrylic trong dung môi không chứa nước với sự có mặt của hạt siêu hiển vi kỵ nước khiến các hạt phân tán hoàn toàn trong dung dịch với polyme đang phát triển. Người ta tin rằng việc phân tán các hạt siêu hiển vi kỵ nước trong quá trình tổng hợp nhựa giúp cải thiện độ sáng, độ cứng và độ nhẵn của sản phẩm lớp phủ dạng bột được đóng rắn thu được, đặc biệt là đối với các lớp phủ dạng bột được đóng rắn dạng lớp phủ trong hoặc trong có màu. Hơn nữa, một số nhựa phủ dạng bột được sản xuất theo các quy trình theo sáng chế có thể đặc biệt hữu dụng đối với chế phẩm phủ dạng bột đã đóng rắn, được dùng cho các vật lắp trang trí và vành bánh xe.

Mô tả chi tiết sáng chế

Nhựa phủ dạng bột được sản xuất bởi các quy trình theo sáng chế cải thiện độ cứng và độ nhẵn mà không phải hy sinh độ trong quang học tốt của lớp phủ dạng bột được đóng rắn so với chế phẩm phủ dạng bột được đóng rắn có chứa hạt siêu hiển vi kỵ nước được thêm vào hỗn bột thô trước khi xử lý và cho vào chế phẩm phủ dạng bột đã nghiền trong công đoạn ép đùn.

Polyme hóa các monome acrylic và hạt siêu hiển vi kỵ nước trong điều kiện khan, không có nước hoặc hầu như không có nước có thể tránh các phản ứng không mong muốn

giữa monome và nước. Ví dụ, monome có nhóm chức epoxy, như những monome được mô tả trong công bố đơn sáng chế CN 101358097 hoặc KR 958539, có thể phản ứng với nước. Polyme hóa các monome acrylic và hạt siêu hiển vi kỵ nước trong điều kiện khan, không có nước hoặc hầu như không có nước cũng có thể tránh sự tạo thành các kết cấu lõi/vỏ trong quá trình polyme hóa khi hạt tạo lõi và polyme tạo vỏ. Hệ nhựa phủ dạng bột được tạo thành từ các kết cấu lõi/vỏ như vậy và chế phẩm phủ dạng bột thu được, tạo thành các hạt không mong muốn thay vì các màng có phân bố polyme và hạt. Trong một số phương án, chế phẩm phủ dạng bột có thể tạo lớp phủ dạng bột được đóng rắn trong suốt hoặc có màu thể hiện sự cải thiện về độ nhẵn, độ cứng, độ bền hóa chất và khả năng chịu tác động của thời tiết của lớp phủ dạng bột được đóng rắn, trong khi vẫn duy trì độ sáng tốt. Hơn nữa, các lớp phủ dạng bột được đóng rắn có thể thể hiện độ bền chống ăn mòn dạng sợi trên nền nhôm hoặc hợp kim được rèn, như nền vành xe ô tô hoặc khung xe ô tô. Ví dụ, nền bằng nhôm hoặc hợp kim được rèn có thể được làm sạch và xử lý sơ bộ, bằng phương pháp xử lý sơ bộ với kẽm phosphat hoặc sắt phosphat, sau đó được phủ chế phẩm phủ dạng bột theo sáng chế. Ngoài ra, chế phẩm phủ dạng bột cũng tạo thành lớp phủ dạng bột được đóng rắn chống ăn mòn trên nền sắt, thép, hợp kim magiê và đồng thau.

Chế phẩm phủ dạng bột bao gồm các hạt có một hoặc nhiều copolyme acrylic cứng nhiệt và một hoặc nhiều hạt siêu hiển vi kỵ nước phân tán kỹ. Trong một phương án, các chất phụ gia một hoặc nhiều hạt siêu hiển vi kỵ nước tốt hơn là được thêm vào dưới dạng một thành phần trong quá trình tổng hợp nhựa với lượng từ khoảng 0,01 % khối lượng đến khoảng 1,5 % khối lượng, tính trên tổng khối lượng của hệ nhựa phủ dạng bột. Tốt hơn là, một hoặc nhiều copolyme acrylic gồm monome acrylic có nhóm chức epoxy, hydroxyl hoặc axit.

Các hạt siêu hiển vi kỵ nước thích hợp có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các hạt gồm các oxit vô cơ và một hoặc nhiều hợp chất silic hữu cơ. Các ví dụ không có tính giới hạn về hợp chất silic hữu cơ bao gồm hợp chất oligo silic hữu cơ, hợp chất poly silic hữu cơ, và các hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án, hợp chất silic hữu cơ tốt hơn là hầu như không có các nhóm phản ứng nhựa, tức là, các nhóm epoxy, axit carboxylic, axit vô cơ, amin, isoxyanat, vinyl, hoặc acrylic. Như được sử dụng trong bản mô tả này,

thuật ngữ “hầu như không có các nhóm phản ứng nhựa” chỉ phân tử hoặc hợp chất có khoảng 0,1% khối lượng hoặc ít hơn là nhóm chức phản ứng với các phương án của copolyme acrylic trong hoặc là kết quả của quá trình xử lý và/hoặc được đóng rắn, tính trên tổng khối lượng của phân tử hoặc hợp chất. Các ví dụ không có tính giới hạn về hợp chất silic hữu cơ được ưu tiên gồm polydimethyl siloxan (PDMS), oligodimethyl siloxan, polymethylphenyl siloxan, và oligomethylphenyl siloxan. Trong phương án khác, hợp chất silic hữu cơ có thể bao gồm từ khoảng 0,01% khối lượng đến khoảng 7,5% khối lượng là nhóm silanol (SiOH). Trong một số phương án, các hạt oxit vô cơ thích hợp có thể gồm các hạt hoặc khối kết tụ có tổng kích thước hạt trung bình từ khoảng 0,001 μm (khoảng 1 nm) đến khoảng 1,0 μm , hoặc khoảng 0,004 μm hoặc lớn hơn, trong phương án khác, khoảng 0,25 μm hoặc nhỏ hơn, và ưu tiên hơn là khoảng 0,1 μm hoặc nhỏ hơn. Tốt hơn là oxit vô cơ gồm silic oxit khối hoặc các oxit kim loại, như alumin, hoặc các tổ hợp của chúng.

Ví dụ không có tính giới hạn về các hợp chất silic hữu cơ có thể được dùng để điều chế hạt siêu hiển vi kỵ nước bao gồm poly disiloxan hữu cơ, poly siloxan hữu cơ, poly đisilazan hữu cơ hoặc poly silazan hữu cơ; silan hữu cơ (ví dụ, octyl silan và đisilan hữu cơ); silazan hữu cơ (ví dụ, hexametylen đisilazan); đisilazan hữu cơ; oligome của silan (ví dụ, pentametyldisiloxan); oligosilazan hữu cơ, và các hỗn hợp của chúng. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “hữu cơ” được định nghĩa là nhóm alkyl, xycloalkyl, (alkyl)aryl hoặc phenyl C_1 đến C_{12} . Trong một số phương án, hợp chất silic hữu cơ tốt hơn là polydimethylsiloxan, poly(methylphenyl)siloxan, hoặc sản phẩm của phản ứng ngưng tụ của dihaloalkyl silan hoặc dihalodialkyl silan (tức là, oligo- hoặc poly-đialkylsiloxan).

Trong một số phương án, các hạt và khối kết tụ oxit vô cơ để điều chế hạt siêu hiển vi kỵ nước được bộc lộ trong bản mô tả này có thể có kích thước hạt trung bình từ khoảng 0,004 μm (khoảng 5 nm) đến khoảng 1,0 μm , tốt hơn là, khoảng 0,2 μm hoặc nhỏ hơn, hoặc, khoảng 0,1 μm hoặc nhỏ hơn, hoặc, tốt hơn là, khoảng 0,075 μm hoặc nhỏ hơn. Trong một số phương án, oxit vô cơ có thể là hoặc bao gồm silic oxit hoặc silic oxit khối; các oxit kim loại (ví dụ, nhôm oxit, kẽm oxit, titan oxit, và magiê oxit); các loại silicat (ví dụ, các loại silicat kim loại kiềm); và phức hợp oxit hữu cơ - vô cơ (ví dụ, sản phẩm của

phản ứng ngưng tụ của (đi)alkoxy silan với silic oxit hoặc các loại silicat), và các hỗn hợp của chúng. Tốt hơn là, một hoặc nhiều hạt siêu hiển vi kỵ nước là silic oxit khối được xử lý, chẳng hạn như sản phẩm của phản ứng ngưng tụ của silic oxit khối được xử lý dimetylđihalosilan.

Ví dụ về hạt siêu hiển vi kỵ nước thích hợp bao gồm silic oxit khối được xử lý (nhiệt) với dimetylđiclosilan, như các sản phẩm có sẵn với kích thước hạt khác nhau của Degussa Corporation, Parsippany, New Jersey, USA, với các nhãn hiệu AEROSIL R972, AEROSIL R974, hoặc AEROSIL R976; silic oxit khối được xử lý với hexametylđisilazan (HMDS), như sản phẩm của Degussa Corporation, Parsippany, New Jersey, USA với nhãn hiệu AEROSIL RX 50; oxit kẽm silan hóa, như sản phẩm của Degussa Corporation, Parsippany, New Jersey, USA với nhãn hiệu VP AD NANO Z 805; nhôm oxit, như thể phân tán 30% khối lượng của Al_2O_3 20 nm trong nước như sản phẩm của Nanophase Technologies, Romeoville, Illinois, USA với nhãn hiệu NANOARC L-2255, hoặc thể phân tán 55% khối lượng của Al_2O_3 250 nm trong nước như sản phẩm của Nanophase Technologies, Romeoville, Illinois, USA với nhãn hiệu NANOARC AL-2350, hoặc thể phân tán 55% khối lượng của Al_2O_3 800 nm trong nước như sản phẩm của Nanophase Technologies, Romeoville, Illinois, USA với nhãn hiệu NANOARC AL-2850; oxit nhôm hòa thành được xử lý với octylsilan, như các sản phẩm của Degussa Corporation, Parsippany, New Jersey, USA với nhãn hiệu ALU C 805 AEROXIDE; silic oxit khối được biến tính với điclodimetylsilan, như các sản phẩm của Degussa Corporation, Parsippany, New Jersey, USA với nhãn hiệu AEROXIDE LE2; titan đioxit kỵ nước phân tán kỹ, như các sản phẩm của Degussa Corporation, Parsippany, New Jersey, USA với nhãn hiệu AEROXIDE T 805; và silic oxit khối kỵ nước, như các sản phẩm của Degussa Corporation, Parsippany, New Jersey, USA với các nhãn hiệu AEROSIL R8200, AEROSIL R9200 và AEROSIL R504.

Trong một số phương án, một hoặc nhiều hạt siêu hiển vi kỵ nước có thể được thêm vào với lượng từ khoảng 0,01% khối lượng đến khoảng 2,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của hệ nhựa phủ dạng bột, hoặc đến khoảng 1,0% khối lượng, để bảo đảm độ sáng của lớp phủ, hoặc, tốt hơn là, lên đến khoảng 0,5% khối lượng, hoặc, tốt hơn nữa là,

lên đến khoảng 0,3% khối lượng. Trong một số phương án, hạt siêu hiển vi kỵ nước tốt hơn là được thêm vào với lượng từ khoảng 0,05% khối lượng hoặc nhiều hơn.

Các ví dụ không có tính giới hạn về dung môi không chứa nước bao gồm toluen, xylen, etyl axetat, butyl axetat, propyl axetat, metyl amyl keton, isoamyl axetat, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton, và các hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án, dung môi không chứa nước không chứa cacbon đioxit siêu tới hạn.

Trong một số phương án, một hoặc nhiều chất khơi mào thích hợp để sử dụng trong công đoạn trùng hợp có thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, chất khơi mào nhiệt hoặc gốc tự do. Các ví dụ không có tính giới hạn về chất khơi mào như vậy bao gồm tert-butyl peroxy-2-ethylhexanoat, tert-amyl peroxy-2-ethylhexanoat, tert-butyl peroxydiethylaxetat, tert-butyl peroxyisobutytrat, benzoyl peroxit, t-butyl hydroperoxit, tert butyl perbenzoat, cumen peroxit, dimetylazobis-isobutytrat, 2,2'-Azobis(2-metylbutyronitril), 2,2'-azobis(2,4-dimetyl-pentannitril), 2,2'-azobis-(2-metylpropannitril), t-butyl peroxy pivalat, và các hỗn hợp của chúng. Trong một số phương án đó, một hoặc nhiều chất khơi mào polyme hóa được sử dụng để điều chế chế phẩm polyme acrylic với lượng trong phạm vi từ khoảng 0,5% khối lượng đến khoảng 9% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của monome, hoặc trong phương án khác, từ khoảng 5% khối lượng đến khoảng 8% khối lượng, hoặc, và trong phương án khác nữa, từ khoảng 6 % đến khoảng 7,5% khối lượng.

Trong một số phương án, các hạt siêu hiển vi kỵ nước bổ sung có thể được thêm vào chế phẩm phủ dạng bột trước hoặc trong quá trình trộn kỹ hoặc kết tụ hạt nhựa để tạo thành chế phẩm phủ dạng bột ngoài lượng hạt siêu hiển vi kỵ nước đã thêm trong quá trình tổng hợp polyme. Các hạt siêu hiển vi kỵ nước bổ sung này cũng trở thành một phần của hạt hoặc khối kết tụ phủ dạng bột. Ngoài ra, một phần của một hoặc nhiều hạt siêu hiển vi kỵ nước, không quá 300% khối lượng của tổng lượng hạt siêu hiển vi kỵ nước được sử dụng, cũng có thể được trộn sau hoặc trộn khô, tức là dưới dạng các hạt riêng biệt, với chế phẩm phủ dạng bột trộn lẫn. Theo đó, trong một số phương án, giới hạn trên của lượng hạt siêu hiển vi kỵ nước được thêm vào polyme acrylic là khoảng 2% khối lượng. Như vậy,

trong một số phương án, giới hạn trên của lượng hạt siêu hiển vi trong chế phẩm trộn sau hoặc trộn khô là khoảng 0,6% khối lượng.

Trong một số phương án, copolyme acrylic là từ các monome acrylic, chẳng hạn như các monome có nhóm chức epoxy, hydroxyl hoặc axit. Trong một số phương án, một hoặc nhiều monome có thể được chọn sao cho copolyme acrylic có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh (T_g) để bảo đảm độ bền chống đóng khối và/hoặc độ ổn định khi đóng gói mà không làm tổn hại các tính chất chảy và tạo màng. Trong một số phương án, copolyme acrylic có thể có T_g trong phạm vi từ khoảng 40°C đến khoảng 90°C, và, tốt hơn là, trên khoảng 50°C.

Trong một số phương án, các copolyme là copolyme acrylic được tạo thành từ một hoặc nhiều monome có nhóm chức epoxy và một hoặc nhiều monome vinyl hoặc acrylic, và tốt hơn là được tạo thành từ một comonome mà chính nó tạo thành polyme đồng nhất có T_g nằm trong phạm vi từ khoảng 25°C đến khoảng 175°C, hoặc tốt hơn là trên 50°C.

Các monome có nhóm chức hydroxyl bao gồm các monome chưa bão hòa kiểu etylen chứa một hoặc nhiều nhóm hydroxyl. Các ví dụ không có tính giới hạn về monome hydroxyl bao gồm hydroxyetyl acrylat, hydroxybutyl acrylat, hydroxypropyl acrylat, hydroxyetyl metacrylat, hydroxybutyl metacrylat và hydroxypropyl metacrylat.

Các ví dụ không có tính giới hạn về monome axit bao gồm các monome chưa bão hòa kiểu etylen chứa một hoặc nhiều bán phần axit như các nhóm axit carboxylic, axit phospho, axit sulfonic. Ví dụ về các monome axit bao gồm các monome axit carboxylic như axit (met)acrylic, axit crotonic, axit itaconic, axit fumaric, axit maleic, monometyl itaconat, monometyl fumarat, và monobutyl fumarat; monome axit phospho như phosphoetyl(met)acrylat; và monome axit lưu huỳnh như natri vinyl sulfonat, và acrylamido propan sulfonat.

Trong một số phương án, copolyme acrylic có thể được chọn bất kỳ từ một hoặc nhiều copolyme acrylic có nhóm chức epoxy có T_g từ khoảng 40°C đến khoảng 90°C. Một hoặc nhiều copolyme acrylic có nhóm chức epoxy có thể gồm sản phẩm copolyme hóa của từ khoảng 10 đến khoảng 40% khối lượng, tính trên tổng lượng monome được copolyme hóa, là một hoặc nhiều monome chưa bão hòa có nhóm chức epoxy, ví dụ như

glycidyl(met)acrylat, và một hoặc nhiều comonome vinyl hoặc acrylic, tốt hơn là comonome mà chính nó tạo thành polyme đồng thể có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh (T_g) từ khoảng 25°C đến khoảng 175°C. Nếu lượng monome chưa bão hòa có nhóm chức epoxy được sử dụng dưới khoảng 10% khối lượng, tính trên tổng khối lượng monome được copolyme hóa, nó không đóng góp đáng kể vào sự cải thiện độ bền dung môi và độ bền cơ học. Mặt khác, nếu lượng đó vượt quá khoảng 40% khối lượng được tính tương tự, không có sự cải thiện thêm về độ bền chống ăn mòn.

Trong một số phương án, copolyme acrylic là một hoặc nhiều copolyme acrylic có nhóm chức axit. Một hoặc nhiều copolyme acrylic carboxylic có nhóm chức axit có thể bao gồm copolyme bất kỳ có khối lượng phân tử trung bình khối từ khoảng 1000 đến khoảng 30.000, và đương lượng axit carboxylic từ khoảng 300 đến khoảng 1000, tốt hơn là ít nhất khoảng 500, sản phẩm copolyme hóa từ 2,5 đến 25% khối lượng, tính trên tổng lượng monome được copolyme hóa, của một hoặc nhiều α - β axit carboxylic chưa bão hòa kiểu etylen, và một hoặc nhiều comonome vinyl hoặc acrylic, tốt hơn là comonome mà chính nó tạo thành polyme đồng nhất có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh (T_g) từ 25°C đến 175°C. Các ví dụ không có tính giới hạn về copolyme acrylic carboxylic có nhóm chức axit có thể bao gồm nhựa acrylic của BASF Corporation of Wyandotte, Michigan, USA, với nhãn hiệu JONCRYL 819 và JONCRYL 821.

Trong một số phương án, copolyme acrylic là một hoặc nhiều copolyme acrylic phospho có nhóm chức axit. Copolyme acrylic phospho có nhóm chức axit có thể gồm sản phẩm copolyme hóa của từ 0,5 đến 10% khối lượng, tốt hơn là, 1 đến 5% khối lượng, tính trên tổng lượng monome được copolyme hóa, của một hoặc nhiều monome axit phospho, và của một hoặc nhiều comonome vinyl hoặc acrylic, tốt hơn là, comonome mà chính nó tạo thành polyme đồng nhất có nhiệt độ chuyển pha thủy tinh (T_g) từ 25°C đến 175°C copolyme acrylic có nhóm chức axit phospho có thể có thêm sản phẩm copolyme hóa lên đến 10% khối lượng, tốt hơn là, từ 1 đến 5% khối lượng, tính trên tổng lượng monome được copolyme hóa, của một hoặc nhiều axit α - β carboxylic chưa bão hòa kiểu etylen. Copolyme acrylic có thể bao gồm các hỗn hợp của một hoặc nhiều copolyme acrylic có nhóm chức axit phospho và một hoặc nhiều copolyme acrylic có nhóm chức epoxy.

Trong một số phương án, monome chưa bão hòa có nhóm chức epoxy thích hợp để điều chế nhựa acrylic có thể bao gồm, ví dụ, một hoặc nhiều glyxiđyl este của axit α - β carboxylic chưa bão hòa kiểu etylen, như axit (met)acrylic, maleic hoặc itaconic, và alyl glyxiđyl ete. Tốt hơn là, monome có nhóm chức epoxy được chọn từ các monome glyxiđyl(met)acrylat có công thức $\text{H}_2\text{C}=\text{C}(\text{R}^8)\text{C}(\text{O})\text{OR}^9$, trong đó R^8 là H hoặc nhóm alkyl thấp hơn và R^9 là glyxiđyl cuối mạch, phần dư alkylen có hoặc không phân nhánh chứa từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, tức là vòng glyxiđyl nằm ở đầu xa liên kết chưa bão hòa. Các hợp chất minh họa trong phạm vi định nghĩa của công thức này là glyxiđyl acrylat, glyxiđyl(met)acrylat, và 1,2-epoxybutylacrylat, tốt hơn là, glyxiđyl(met)acrylat của công thức, trong đó R^8 là metyl và R^9 là nhóm glyxiđyl metylen. Các monome glyxiđyl(met)acrylat có thể bao gồm hỗn hợp các monome. Glyxiđyl(met)acrylat, có thể mua từ Dow Chemical Company (Midland, Michigan) hoặc có thể được điều chế với điều kiện phản ứng đã biết đối với chuyên gia trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế.

Monome axit α - β carboxylic chưa bão hòa kiểu etylen có thể bao gồm, ví dụ, axit acrylic, axit metacrylic, axit acryloxypropionic, axit crotonic, axit fumaric, monoalkyl este của axit fumaric, axit maleic, monoalkyl este của axit maleic, axit itaconic, monoalkyl este của axit itaconic và các hỗn hợp của chúng.

Monome axit phospho thích hợp để điều chế copolyme acrylic có nhóm chức axit phospho có thể là monome chưa bão hòa kiểu etylen α - β bất kỳ có nhóm axit phospho và có thể dưới dạng axit hoặc muối của nhóm axit phospho. Trong một số phương án, monome axit phospho như vậy có thể bao gồm phosphat este của polyetylen glycol mono(met)acrylat hoặc phosphat este của polypropylene glycol mono(met)acrylat. Trong một số phương án, các monome axit phospho có thể bao gồm phosphoalkyl(met)acrylat như phosphoethyl(met)acrylat, phosphopropyl(met)acrylat, và phosphobutyl(met)acrylat, phosphoalkyl crotonat, phosphoalkyl maleat, phosphoalkyl fumarat, phosphodialkyl(met)acrylat, phosphodialkyl crotonat, vinyl phosphat, và (met)allyl phosphat. Được ưu tiên là phosphoalkyl metacrylat. Các monome axit phospho thích hợp khác có thể bao gồm monome có nhóm chức dihydro phosphat như allyl phosphat, mono- hoặc diphosphat của bis(hydroxy-metyl)fumarat hoặc itaconat; monome có nhóm chức

phosphonat, bao gồm, ví dụ, axit vinyl phosphonic, axit alyl phosphonic, 2-axit acrylamido-2-metylpropanphosphonic, α -phosphonostyren, axit 2-metylacrylamit-2-metylpropanphosphonic; monome 1,2 chưa bão hòa kiểu etylen (hydroxy)phosphinylalkyl(met)acrylat; và các monome axit phospho dạng oligome, như điphosphomonoalkyl(met)acrylat, tức là (met)acryloyloxyalkyl điphosphat, triphosphomonoalkyl (met)acrylat, metaphosphomonoalkyl(met)acrylat và polyphosphomonoalkyl(met)acrylat.

Trong một số phương án, copolyme acrylic có nhóm chức axit phospho có thể được điều chế, trước tiên bằng cách điều chế polyme tiền chất có nhóm epoxy đồng phản ứng thứ nhất treo có thể phản ứng được với hợp chất chứa nhóm đồng phản ứng thứ hai và nhóm axit phospho. Ví dụ, có thể điều chế polyme tiền chất trong đó sử dụng glycidyl(met)acrylat. Các nhóm đồng phản ứng thứ hai thích hợp đối với hợp chất có nhóm đồng phản ứng thứ hai và nhóm axit phospho là amin, hydroxyl, và axit phosphoric anhydrit. Polyme tiền chất có nhóm chức epoxy có thể phản ứng với axit polyphosphoric, hoặc glyphosat để tạo ra copolyme acrylic có nhóm chức axit phospho với các nhóm axit phospho treo bên trong.

Các comonome thích hợp có thể bao gồm một hoặc nhiều monome acrylic, vinyl hoặc alyl không ion được chọn từ alkyl(met)acrylat, xycloalkyl(met)acrylat, alkyl aryl(met)acrylat, vinyl este, alkyl vinyl ete, (met)acrylonitril, (met)acrylamit, dialkyl este của axit hai bazơ chưa bão hòa, và các hỗn hợp của chúng. Ví dụ thích hợp về comonome acrylic có thể là, ví dụ, (xyclo)alkyl este C₁ đến C₂₀ của axit (met)acrylic, như metyl(met)acrylat, etyl(met)acrylat, n-butyl(met)acrylat, isobutyl(met)acrylat, và t-butyl(met)acrylat, 2-etylhexyl(met)acrylat, xyclohexyl(met)acrylat, lauryl(met)acrylat, stearyl(met)acrylat, đixyclopentadienyl(met)acrylat, đixyclopentanylmetacrylat, norbornyl(met)acrylat, isobornyl(met)acrylat, alkyl este cao hơn của axit (met)acrylic, như eicosyl(met)acrylat, cetyl(met)acrylat, tridecyl

(met)acrylat, và các hỗn hợp của chúng; benzyl(met)acrylat và phenyl(met)acrylat. Comonome vinyl thích hợp có thể bao gồm, ví dụ, styren, α -metyl styren, α -etylstyren, vinyl toluen, đivinyl benzen, vinyl este, ví dụ như vinyl axetat, vinyl ete, alyl ete, rượu

allylic, và các hỗn hợp của chúng. Tốt hơn là, comonome gồm một hoặc nhiều (xyclo)alkyl este C₁ đến C₈ của axit (met)acrylic, như methyl metacrylat, 2-ethylhexyl metacrylat, và isobutyl acrylat.

Các hỗn hợp thích hợp của copolyme acrylic có thể gồm một hoặc nhiều copolyme acrylic có nhóm chức epoxy được trộn với một hoặc nhiều copolyme acrylic được chọn từ copolyme acrylic có nhóm chức axit, như copolyme acrylic có nhóm chức axit carboxylic và/hoặc phospho, copolyme có nhóm chức hydroxyl và copolyme acrylic có nhóm chức epoxy.

Trong một số phương án, các polyme acrylic được điều chế theo các quy trình theo sáng chế có thể có đương lượng epoxy (epoxy equivalent weight, EEW) nằm trong phạm vi từ khoảng 250 đến khoảng 750. Trong một số phương án khác, EEW có thể nằm trong phạm vi từ khoảng 270 đến khoảng 620. Nhằm các mục đích của bản mô tả, đương lượng epoxy có thể được xác định bằng cách chuẩn độ với dung dịch axit perchloric trong axit axetic bằng theo phương pháp của ASTM D-1652-04 "Standard Test Method for Epoxy Content of Epoxy Resins", ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA.

Các polyme acrylic được bộc lộ trong bản mô tả có thể được đưa vào chế phẩm phủ dạng bột. Trong một số phương án, chế phẩm phủ dạng bột có thể có từ khoảng 5 đến khoảng 35% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm phủ dạng bột, là một hoặc nhiều chất liên kết ngang. Chất liên kết ngang được thêm vào với hệ số tỉ lệ giữa axit và epoxy từ khoảng 0,75:1 đến khoảng 1,25:1, tốt hơn là khoảng 0,95 đến khoảng 1,05:1. Chất liên kết ngang bất kỳ phản ứng với các nhóm epoxy có thể được đưa vào. Ví dụ về chất liên kết ngang dùng cho polyme acrylic có nhóm chức epoxy bao gồm các axit đicarboxylic hữu cơ và anhydrit của chúng như axit sebacic, axit dodecandioic, và các sản phẩm cộng được điều chế từ quá trình este hóa các axit hoặc anhydrit đicarboxylic hữu cơ với polyeste. Các chất liên kết ngang tăng độ linh hoạt của lớp phủ và có thể tăng độ bền chống đá dăm. Trong một số phương án, các chất liên kết ngang dùng cho chế phẩm phủ dạng bột copolyme acrylic có nhóm chức axit có thể bao gồm chất liên kết ngang

polyepoxy, chẳng hạn như triglycidyl isoxyanurat (TGIC), nhựa epoxy bisphenol A, hoặc epoxy phenol novolak.

Chất tăng cường bám dính có thể có thêm nhựa epoxy hoặc hợp chất isoxyanat hoặc chất tăng cường bám dính tiền polyme có T_g khoảng 40°C hoặc cao hơn. Ví dụ bao gồm nhựa epoxy, nhựa epoxy-phenolic novolak; đime và trime của isophoron diisoxyanat (IPDI), hexametylen diisoxyanat (HMDI) hoặc toluen diisoxyanat, isoxyanat bị chặn, chẳng hạn như IPDI khóa mạch caprolactam, và tiền polyme với isoxyanat cuối mạch của diisoxyanat hoặc các đime hoặc trime của chúng với rượu đa chức hoặc glycol. Các chất tăng cường bám dính được ưu tiên là nhựa bisphenol epoxy, tốt hơn là nhựa epoxy bisphenol A hoặc bisphenol F. Sự có mặt của chất tăng cường bám dính epoxy có thể cải thiện độ bền chống ăn mòn CASS (copper accelerated salt spray, phun muối gia tốc trên đồng) so với bột không thêm chất tăng cường bám dính. Trong một phương án, lượng thích hợp của chất tăng cường bám dính có thể trong phạm vi lên đến khoảng 10% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm phủ dạng bột, trong phương án khác từ khoảng 0,01% khối lượng đến khoảng 10% khối lượng, tốt hơn là từ khoảng 0,2 đến khoảng 3% khối lượng, hoặc, tốt hơn nữa là, lên đến khoảng 1% khối lượng. Lượng trên 3% khối lượng có thể góp phần gây ra vấn đề về khả năng chịu thời tiết.

Chế phẩm phủ dạng bột có thể kết hợp lượng nhỏ của các thành phần khác đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế, bao gồm, ví dụ, trong một phương án, từ khoảng 0,1 đến khoảng 15 phr (part per hundred resin - phần trên 100 phần nhựa) trong phương án khác tốt hơn là đến 5 phr, và, trong phương án khác nữa khoảng 0,1 đến khoảng 5 phr, là một hoặc nhiều chất ổn định chống tia cực tím hoặc chất hấp thụ ánh sáng để tăng khả năng chịu thời tiết. Chất ổn định ánh sáng bao gồm, ví dụ, chất cản amin, như polyme dimetyl succinat với 4-hydroxy tetrametyl piperidin etanol, cản phenol hoặc tổ hợp gồm ít nhất một trong số các chất ổn định ánh sáng trên.

Các silan có thể thủy phân (ví dụ, alkoxysilan) có thể được dùng với lượng từ khoảng 0,01 đến khoảng 3% khối lượng, tốt hơn là, khoảng 0,3% khối lượng hoặc thấp hơn, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm dạng bột để ghép hạt siêu hiển vi kỵ nước vào

nền phủ. Các ví dụ không có tính giới hạn về silan thích hợp gồm glyxiđyl alkoxy silan và amino alkoxy silan, như glyxiđyl trimethoxy silan.

Lượng nhỏ, ví dụ như lên đến khoảng 0,10% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm dạng bột, tốt hơn là, đến 0,05% khối lượng và tốt hơn nữa là 0,01% khối lượng đến 0,10% khối lượng, của bột màu hữu cơ, như ptaloxyanin có thể được đưa vào để không chế quá trình hóa màu vàng. Chế phẩm phủ dạng bột có thể có thêm bất kỳ trong khoảng từ 0,001 đến khoảng 1,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm dạng bột, là chất làm trắng quang học và/hoặc chất làm đều màu; từ khoảng 0,1 đến khoảng 10 phr, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm dạng bột, là một hoặc nhiều chất làm mờ, như copolyme alkyl(met)acrylat, lên đến khoảng 6 phr và tốt hơn là khoảng 0,01 phr đến khoảng 6 phr là một hoặc nhiều chất sếp; và từ khoảng 0,01% khối lượng đến khoảng 1,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của chế phẩm dạng bột, là chất phụ gia trộn sau, chẳng hạn như các chất phụ gia chảy khô như silic oxit hoặc alumin khối.

Hệ nhựa phủ dạng bột theo sáng chế có thể được trộn với một hoặc nhiều chất liên kết ngang và cũng có thể được xử lý bổ sung để tạo thành chế phẩm phủ dạng bột. Quá trình có thể có thêm bước trộn khô, nghiền và ép đùn chế phẩm acrylic dạng bột chứa hạt siêu hiển vi kỵ nước thu được. Chế phẩm phủ dạng bột chứa nhựa acrylic theo các quy trình theo sáng chế có thể được sản xuất theo các phương pháp truyền thống. Các thành phần có thể được phối trộn, sau đó trộn kỹ, chẳng hạn như, ví dụ, bằng cách phức hợp hóa ở trạng thái nóng chảy (melt-compounding) sao cho không xảy ra sự đóng rắn đáng kể. Phức hợp nóng chảy có thể được ép đùn sau đó làm lạnh nhanh, và nghiền, và, nếu cần, phân loại hạt theo kích thước. Trong phương án khác, chế phẩm phủ dạng bột có thể được sản xuất bằng cách liên kết hạt copolyme acrylic với hạt siêu hiển vi kỵ nước để tạo thành hạt kết tụ.

Chế phẩm phủ dạng bột có thể được phủ bằng cách biện pháp thông thường đã biết. Để sơn phủ tĩnh điện, kích thước hạt trung bình có thể thay đổi trong phạm vi từ khoảng 5 μ m đến khoảng 200 μ m, tốt hơn là khoảng 25 μ m hoặc cao hơn, hoặc, khoảng 75 μ m hoặc thấp hơn.

Khi đã được phủ, lớp phủ được đóng rắn bằng nhiệt, ví dụ, ở nhiệt độ từ khoảng 90°C đến khoảng 250°C trong thời gian từ 30 giây đến 90 phút. Nhiệt để đóng rắn có thể từ nguồn đối lưu, hồng ngoại (IR) hoặc cận hồng ngoại.

Trong một số phương án, các chất phủ được phủ lên nền kim loại. Nền thích hợp bao gồm nhôm, hợp kim được rèn, sắt, thép, hợp kim magiê, hàng điện tử, và đồng thau, chẳng hạn như sản phẩm khóa và cửa. Ví dụ về nền nhôm bao gồm hợp kim silic, hợp kim nhôm lithi, nhôm magiê, nhôm kẽm, nhôm mangan, hợp kim nền nhôm đồng như nhôm đồng thau, và tương tự. Các hợp kim có thể là hợp kim đơn, đôi hoặc có nhiều hơn hai kim loại.

Tốt hơn là nền được xử lý sơ bộ. Nền nhôm và hợp kim được rèn có thể được xử lý sơ bộ với, ví dụ, lớp đơn tự gắn kết không crôm của vật liệu hữu cơ phospho, ziriconi titanat, hoặc ziriconi titanat biến tính acrylic. Nền thép và sắt có thể được xử lý sơ bộ với các chất thụ động hóa, chẳng hạn như kẽm phosphat hoặc sắt phosphat.

Các ví dụ không có tính giới hạn về các polyme acrylic và chế phẩm phủ theo sáng chế được đưa ra dưới đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Ví dụ về quy trình điều chế polyme acrylic chứa silic oxit khối như sau. 789,3 g toluen và 15,0 g AEROSIL R972 được nạp vào bình phản ứng thủy tinh đáy tròn 4 cổ 5 L có gắn cánh khuấy cơ, bộ ngưng tụ, đầu vào khí nitơ và ống sục khí, đầu đo nhiệt độ và ống nạp monome/chất khơi mào. Bình được đun nóng dưới dòng hồi lưu (ở nhiệt độ khoảng 111°C) với khí quyển khí nitơ. Hỗn hợp monome được điều chế bằng cách thêm 315 g butyl metacrylat, 433 g glycidyl metacrylat, 204,5 g isobornyl metacrylat, 525 g methyl metacrylat, 60 g styren và 159,4 g toluen trong bình chứa 5 L. Dung dịch chất khơi mào được điều chế bằng cách trộn 112,9 g chất khơi mào TRIGONOX® 21S (tert-butyl peroxy-2-ethylhexanoat, của Akzo Nobel Polymer Chemicals LLC, Chicago, Illinois, USA) và 153,3 g toluen. Hỗn hợp monome và hỗn hợp chất khơi mào được kết hợp vào một bình chứa. Dòng khí nitơ được ngắt ra khỏi bình phản ứng. Hỗn hợp monome và chất khơi mào được nạp vào bình phản ứng trong thời gian 4 giờ. Khi nạp xong monome và chất khơi

mào, ống nạp được rửa với 34,7 g toluen. Hỗn hợp phản ứng được duy trì ở nhiệt độ khoảng 113°C trong 30 phút. Hỗn hợp gồm 8,25 g TRIGONOX® 21S trong 93,8 g toluen được thêm vào bình trong thời gian 60 phút. Khi thêm hết dung dịch TRIGONOX® 21S, ống được rửa với 7,5 g toluen. Phản ứng được duy trì ở nhiệt độ khoảng 113°C thêm 30 phút và sau đó làm nguội đến nhiệt độ phòng. Sau đó nhựa được chuyển sang bình phản ứng loại bỏ, tại đó nó được đun nóng trong chân không đến nhiệt độ từ 155°C đến 165°C và duy trì ở nhiệt độ từ 155°C đến 165°C trong một giờ. Trong thời gian này, dung môi được chưng cất tách ra khỏi nhựa, kết quả là thu được nhựa với hàm lượng rắn trên 99%.

Ví dụ 2

Công thức kiểm nghiệm của các mẫu như được trình bày trong Bảng 1:

Bảng 1						
	Thành phần (tính bằng PHR)	Mẫu 1	Mẫu 2	Mẫu so sánh A	Mẫu so sánh B	Mẫu so sánh C
1	Nhựa thí nghiệm #1 (GMA acrylic) với 1,0% Aerosil R972	84,000				
2	Nhựa thí nghiệm #2 (GMA acrylic) với 0,4% Aerosil R972		84,000			
3	Nhựa thí nghiệm #3 (GMA acrylic) không có Aerosil R972			84,000	84,000	84,000
4	Axit sebaxic	16,000	16,000	16,000	16,000	16,000
5	Chất biến đổi dòng chảy của copolyme acrylat	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
6	Benzoin	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
7	Polyme dimetyl succinat với 4-hydroxy tetrametyl	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500

	piperidin etanol					
8	Triazin	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500
9	Octadecyl 3,5-đi(tert)-butyl-4-hydroxyhydroxinnamat	0,350	0,350	0,350	0,350	0,350
10	Phosphit hữu cơ	0,350	0,350	0,350	0,350	0,350
11	Bis Benzoxazol	0,002	0,002	0,002	0,002	0,002
12	Đioxazin tím	0,00003	0,00003	0,00003	0,00003	0,00003
13	AEROSIL R972 – trộn sau				0,40%	1,00%
14	Nhôm oxit hun khói – Chảy khô	0,20%	0,20%	0,20%	0,20%	

Các mẫu trên được điều chế bằng cách phối trộn các thành phần từ 1 đến 12 trong túi và trộn khô chúng. Sau đó hỗn hợp được trộn trong máy trộn trong 30 giây với tốc độ 2,000 vòng/phút. Hỗn hợp tạo thành được ép đùn ở 200 °F (khoảng 93°C) với tốc độ 400 vòng/phút. Vật liệu sau khi ép đùn được nghiền cao tốc trong máy nghiền Brinkman và sàng qua rây cỡ 100 mesh (lỗ khoảng 149 µm). Chế phẩm phủ dạng bột theo công thức tạo thành được phun tĩnh điện. Khác biệt giữa Nhựa thí nghiệm # 1 và Nhựa thí nghiệm #2 là lượng AEROSIL R972 có mặt trong phản ứng. Các ví dụ chứa các thành phần 13 và 14 có lượng của các thành phần đó được tính dựa vào khối lượng vật liệu thu được sau khi ép đùn. Các thành phần 13 và 14 được trộn khô trong túi với vật liệu sau khi ép đùn, sau đó được xử lý như những ví dụ khác.

Ví dụ 3

Các mẫu chế phẩm phủ acrylic dạng bột được điều chế theo phương pháp theo sáng chế (ngay trong quy trình) được trình bày dưới đây, so với chế phẩm phủ acrylic dạng bột trong đó silic oxit được thêm sau khi trộn (dưới dạng chất phụ gia trộn trong bao). Tức là, nhựa acrylic glycidyl metacrylat (GMA) được điều chế bằng cách thêm silic oxit khói trong

quá trình trùng hợp nhựa polyme so với các chế phẩm trong đó silic oxit khối được thêm vào hỗn hợp trộn trong bao của nhựa acrylic GMA.

Mẫu số	Loại nhựa	Phương pháp thêm	Độ cứng bút chì (xước) ASTM D3363	Cường độ mờ	Độ nhẵn quét sóng bề mặt - L	Độ nhẵn quét sóng bề mặt - S	Độ nhẵn quét sóng bề mặt - R
Đối chứng	Đối chứng GMA (không silic oxit)	Không	F	3	7,1	12,1	7,4
1	GMA + 0,4% R-972 Silic oxit	Ngay trong quy trình	F	4	7,4	13,8	7,5
2	GMA + 1,0% R-972 Silic oxit	Ngay trong quy trình	H	4	7,3	12,9	7,5
3	GMA + 0,4% R-972 Silic oxit	Thêm vào hỗn hợp trộn trong túi	H	7	12,0	22,4	6,4
4	GMA + 1,0%	Thêm vào hỗn hợp	H	7	12,2	22,3	6,4

	R-972	trộn trong					
	Silic oxit	túi					

Đối với độ cứng bút chì, loại “H” là tăng khả năng chống biến dạng cơ học so với loại “F”.

Phạm vi cường độ mờ tương đối: 0-10 với 0 là không mờ, 3 là mờ rất nhẹ, 4 là hơi mờ và 7 là mờ trung bình đến rất mờ.

Phạm vi độ nhẵn quét sóng BYK:

L (độ sóng dài, sần vỏ cam) 0-99,9 với 0 là không sần vỏ cam

S (độ sóng ngắn hoặc vi cấu trúc) 0-99,9 với 0 là không có vi cấu trúc

R (đánh giá chung) 0-10,5, với 10,5 là nhẵn bóng nhất.

Như đã được thể hiện, các loại nhựa được điều chế theo quy trình của sáng chế thể hiện độ mờ và độ nhẵn bóng so với các loại nhựa được điều chế trong đó thêm hỗn hợp trộn sau có thêm silic oxit.

Mọi câu có dấu ngoặc đơn chỉ đối tượng hoặc có hoặc không có trong dấu ngoặc. Ví dụ, “(co)polyme” bao gồm, trong các phương án, polyme, copolyme và các hỗn hợp của chúng.

Trừ khi được ghi chú khác, mọi quy trình được thể hiện và mọi ví dụ được thực hiện trong điều kiện nhiệt độ và áp suất tiêu chuẩn (STP).

Mọi phạm vi được trích dẫn ở đây đều bao gồm cả hai giới hạn trên và dưới và có thể tổ hợp với nhau. Ví dụ, nếu thành phần có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,05% khối lượng hoặc cao hơn đến khoảng 1,0% khối lượng, và với lượng lên đến khoảng 0,5% khối lượng, thì thành phần đó có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến khoảng 1,0% khối lượng, từ khoảng 0,5 đến khoảng 1,0% khối lượng hoặc từ khoảng 0,05 đến khoảng 0,5% khối lượng.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “kích thước hạt trung bình” có nghĩa là, trừ khi chỉ ra khác, đường kính hạt hoặc kích thước lớn nhất của hạt trong phân bố hạt được xác định bằng phương pháp tán xạ ánh sáng laser trong đó sử dụng thiết bị đo

Malvern Mastersizer(TM) 2000 (Malvern Instruments Inc., Southboro, Mass.) theo quy trình đề nghị của nhà sản xuất.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, trừ khi được chỉ ra khác, thuật ngữ “nhiệt độ chuyển pha thủy tinh” hoặc “ T_g ” của nhựa resin hoặc (co)polyme bất kỳ được đo bằng cách sử dụng phương pháp phân tích nhiệt quét vi sai (DSC) (tốc độ đun nóng $20^\circ\text{C}/\text{phút}$), T_g được lấy ở điểm giữa của đoạn uốn. T_g cũng có thể được tính toán như mô tả của Fox trong Bull. Amer. Physics. Soc., 1, 3, trang 123 (1956).

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “hệ lai” của (co)polyme hoặc nhựa bất kỳ chỉ các sản phẩm cộng, ghép, hoặc copolyme khối và các hỗn hợp tương hợp hoặc được làm tương hợp của các (co)polyme hoặc nhựa đó, chẳng hạn như các hệ lai epoxy polyeste.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “hỗn hợp được phân tán kỹ” đề cập đến phương pháp mà nhờ đó polyme hoặc nhựa được điều chế với sự có mặt của hạt siêu hiển vi kỵ nước. Hạt siêu hiển vi kỵ nước có mặt trong thiết bị phản ứng trước khi (các) monome, chất khơi mào và chất phụ gia được thêm vào thiết bị phản ứng.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, trừ khi được chỉ ra khác, thuật ngữ “phân tử lượng” chỉ phân tử lượng trung bình số của polyme như được đo bằng phương pháp sắc ký lọc gel (GPC) được cân chỉnh với các chuẩn polystyren.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “oligo siloxan hữu cơ” bao gồm số bất kỳ từ 2 đến 20 đơn vị siloxan và tiếp đầu tố “poly siloxan hữu cơ” bao gồm trên 20 đơn vị siloxan.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “phr” có nghĩa là lượng, theo khối lượng, của thành phần trên một trăm phần, theo khối lượng, của hệ nhựa. Hệ nhựa bao gồm nhựa hoặc polyme và chất liên kết ngang hoặc chất đóng rắn.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “polyme” bao gồm cả các copolyme ngẫu nhiên, khối, phân đoạn (cứng – mềm) và ghép; và hỗn hợp hoặc tổ hợp bất kỳ của chúng.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, các thuật ngữ “nhựa” và “polyme” có thể thay cho nhau.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ “hệ nhựa” chỉ toàn bộ nhựa epoxy, nhựa tăng cứng và chất liên kết ngang bất kỳ, chất đóng rắn hoặc chất làm cứng (nhưng không phải chất xúc tác) vốn trở thành phần không thể thiếu của kết cấu liên kết ngang.

Ở đây, trừ khi được ghi chú khác, mọi tỉ lệ phần trăm đều tính theo khối lượng.

Mọi tài liệu được trích dẫn trong phần mô tả chi tiết, trong phần liên quan, được kết hợp với bản mô tả này bằng cách tham chiếu với bản mô tả này. Việc trích dẫn tài liệu bất kỳ trong bản mô tả này không được hiểu là sự thừa nhận đó là tình trạng kỹ thuật liên quan đến sáng chế.

Hiển nhiên đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế là nhiều thay đổi có thể được thực hiện đối với các chi tiết của các phương án được mô tả trên đây mà không xa rời các nguyên tắc nền tảng của sáng chế. Do đó phạm vi của sáng chế sẽ chỉ được xác định bởi các điểm yêu cầu bảo hộ.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic, trong đó quy trình này bao gồm bước polyme hóa trong dung dịch ít nhất một monome acrylic trong dung môi không chứa nước với sự có mặt của hạt siêu hiển vi kỵ nước và chất khơi mào, trong đó ít nhất một monome acrylic nêu trên được chọn từ các monome có nhóm chức epoxy, các monome có nhóm chức axit hoặc các tổ hợp của chúng và trong đó quá trình polyme hóa diễn ra trong điều kiện không có nước.
2. Quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic theo điểm 1, trong đó ít nhất một monome nêu trên có nhóm chức epoxy và được chọn từ glycidyl metacrylat hoặc glycidyl acrylat.
3. Quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó ít nhất một monome nêu trên được đưa vào với lượng từ khoảng 10% khối lượng đến khoảng 40% khối lượng, tính trên tổng monome được copolyme hóa.
4. Quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó một hoặc nhiều hệ nhựa polyme acrylic có nhóm chức epoxy và có đương lượng epoxy (EEW) từ khoảng 250 đến khoảng 750.
5. Quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó dung môi không chứa nước được chọn từ nhóm bao gồm toluen, xylen, etyl axetat, butyl axetat, propyl axetat, metyl amyl keton, isoamyl axetat, metyl etyl keton, metyl isobutyl keton và các hỗn hợp của chúng.
6. Quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó mỗi trong số một hoặc nhiều hạt siêu hiển vi kỵ nước bao gồm oxit vô cơ và một hoặc nhiều hợp chất silic hữu cơ.
7. Quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic theo điểm 6, trong đó hạt oxit vô cơ được chọn từ nhóm bao gồm silic oxit, silic oxit khói, các oxit kim loại, các loại silicat, phức hợp oxit hữu cơ - vô cơ và các hỗn hợp của chúng.
8. Quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic theo điểm 7, trong đó một hoặc nhiều hạt siêu hiển vi kỵ nước là silic oxit khói qua xử lý được tạo thành từ sản phẩm phản ứng ngưng tụ của silic oxit khói được xử lý dimetylđihalosilan.

9. Quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó một hoặc nhiều hạt siêu hiển vi kỵ nước có mặt trong hệ nhựa phủ dạng bột với lượng nằm trong phạm vi từ khoảng 0,01% khối lượng đến khoảng 2,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng của hệ nhựa phủ dạng bột.
10. Quy trình điều chế hệ nhựa phủ dạng bột acrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó một hoặc nhiều chất khơi mào là chất khơi mào nhiệt hoặc gốc tự do được chọn từ nhóm bao gồm tert-butyl peroxy-2-ethylhexanoat, tert-amyl peroxy-2-ethylhexanoat, tert-butyl peroxydiethylacetat, tert-butyl peroxyisobutytrat, benzoyl peroxit, t-butyl hydroperoxit, tert-butyl perbenzoat, cumen peroxit, dimethylazobis-isobutytrat, 2,2'-azobis(2-methylbutyronitril), 2,2'-azobis(2,4-dimethylpentannitril), 2,2'-azobis-(2-methylpropannitril), t-butyl peroxy pivalat và các hỗn hợp của chúng.
11. Quy trình điều chế chế phẩm phủ dạng bột, trong đó quy trình này bao gồm bước trộn hệ nhựa phủ dạng bột được điều chế theo quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10 với một hoặc nhiều chất liên kết ngang.
12. Quy trình điều chế chế phẩm phủ dạng bột theo điểm 11, trong đó quy trình này còn bao gồm bước trộn khô, nghiền và ép đùn chế phẩm phủ dạng bột acrylic thu được mà chứa hạt siêu hiển vi kỵ nước.
13. Lớp phủ trên nền kim loại bao gồm chế phẩm phủ dạng bột được điều chế theo quy trình theo điểm 11 hoặc 12.
14. Lớp phủ trên nền kim loại theo điểm 13, trong đó nền bao gồm nhôm hoặc hợp kim được rèn.