(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 119546185 A
(43)申请公布日 2025.02.28

(21)申请号 202380053869.X

(22)申请日 2023.06.09

(30)优先权数据
63/351,025 2022.06.10 US
63/405,544 2022.09.12 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2025.01.15

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2023/024944 2023.06.09

(87)PCT国际申请的公布数据
WO2023/239912 EN 2023.12.14

(71)申请人 特洛伊技术第二股份有限公司
地址 美国

(72)发明人 G·M·迪米特雅迪斯 J·雅各布 杨美华 W·林德纳 刘淳

(74)专利代理机构 中国贸促会专利商标事务所有限公司 11038
专利代理师 张钦

(51)Int.Cl.
A01N 33/08(2006.01)
A01P 1/00(2006.01)
A01P 3/00(2006.01)
A01P 13/00(2006.01)

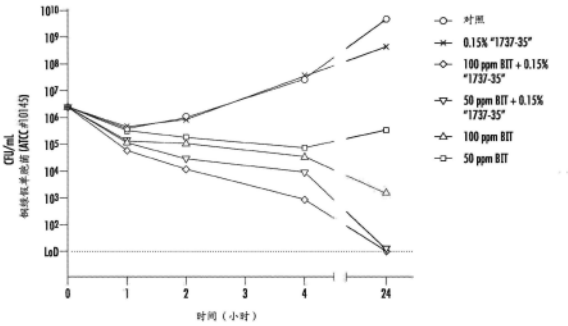
权利要求书3页 说明书25页 附图15页

(54)发明名称

基于聚醚胺的多功能增强剂组合物

(57)摘要

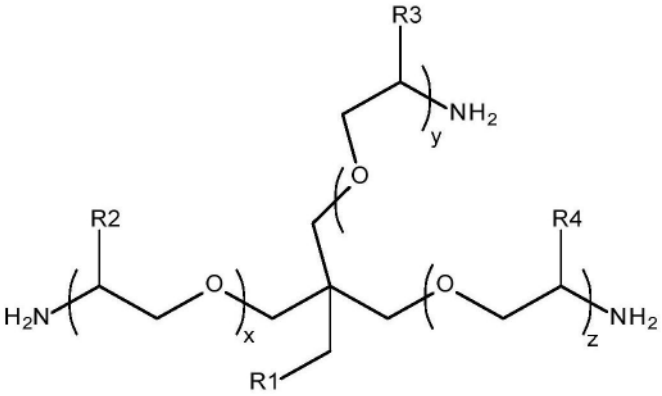
本公开内容通常涉及一种多功能增强剂组合物,其包含聚醚胺和至少一种添加剂,所述添加剂包括无机金属化合物、硅酸盐、吡啶硫酮盐或有机胺,其中R1为H或C1-C9烷基,R2、R3和R4中的每个独立地为H或CH_3,x、y和z中的每个独立地为1-10。根据本公开内容,聚醚胺与添加剂的重量比为约1:5-100:1。



CN 119546185 A

1.一种多功能增强剂组合物,其包含:

至少一种下式I的化合物,



(I)

其中R1为H或C_1-C_9烷基,R2、R3和R4中的每个独立地为H或CH_3,x、y和z中的每个独立地为1-10;和

至少一种包括无机金属化合物、硅酸盐、吡啶硫酮盐或有机胺的添加剂;

其中所述式I的化合物与所述添加剂的重量比为1:5-100:1。

2.根据权利要求1所述的组合物,其中x、y和z的总和不小于5。

3.根据权利要求1或2所述的组合物,其中x、y和z的总和不大于10。

4.根据权利要求1所述的组合物,其中式I的化合物以约20-80wt%的浓度存在于所述组合物中。

5.根据权利要求1所述的组合物,其中所述无机金属化合物包括无机锌化合物、无机镁化合物、无机铜化合物或无机锂化合物中的一种或两种。

6.根据权利要求1-5中任一项所述的组合物,其中所述无机锌化合物包括氧化锌、硝酸锌、氯化锌和乙酸锌中的一种或多种。

7.根据权利要求1-5中任一项所述的组合物,其中所述无机镁化合物包括氧化镁。

8.根据权利要求1-5中任一项所述的组合物,其中所述无机铜化合物包括硫酸铜、硝酸铜、碳酸铜、氧化铜和乙酰丙酮酸铜中的一种或多种。

9.根据权利要求1-5中任一项所述的组合物,其中所述无机锂化合物包括碳酸锂、乙酸锂、氟化锂、硫酸锂、硝酸锂、四硼酸锂、偏硼酸锂、焦磷酸锂、三聚磷酸锂、正硅酸锂和偏硅酸锂中的一种或多种。

10.根据权利要求1所述的组合物,其中所述硅酸盐包括甲基硅酸钾和偏硅酸钠中的一种或两种。

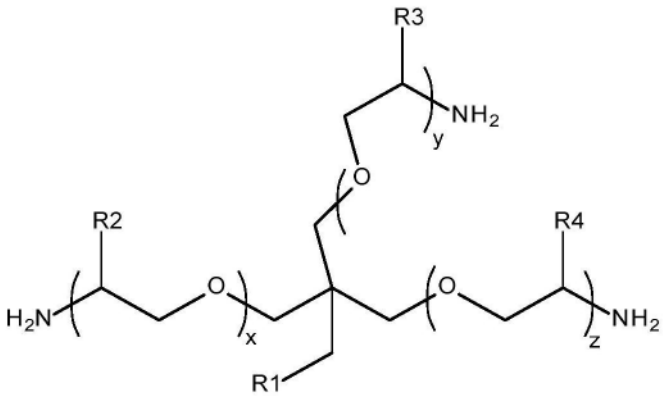
11.根据权利要求1所述的组合物,其中所述吡啶硫酮盐包括吡啶硫酮锌和吡啶硫酮钠中的一种或两种。

12.根据权利要求1所述的组合物,其中所述有机胺包括pH调节剂。

13.根据权利要求12所述的组合物,其中所述pH调节剂包括2-氨基-2-甲基-1-丙醇。

14.一种水基工业材料,其包含:

至少一种下式I的化合物的多功能增强剂:



(I)

其中,R1为H或C_1-C_9烷基,R2、R3和R4中的每个独立地为H或CH_3,x、y和z中的每个独立地为1-10;和

至少一种包括无机金属化合物、硅酸盐、吡啶硫酮盐或有机胺的添加剂;

其中所述式I的化合物与所述添加剂的重量比为1:5-100:1,和

其中所述水基工业材料为非反应性水基工业材料。

15.根据权利要求14所述的水基工业材料,其中所述工业材料选自漆、涂料、熟石膏、粘结剂、密封剂、堵缝剂、矿浆、颜料分散体、颜料浆料、混凝土、聚合物乳液、聚合物分散体、墨、胶料、农业杀虫剂配制物、家用清洁产品、个人护理产品、清漆、密封组合物、皮革助剂、纸张涂饰剂、化妆品、洗发液、沐浴露、护发素和用于该工业材料的防腐剂。

16.根据权利要求14所述的水基工业材料,其中所述至少一种式I的化合物以所述组合物重量的约20-80%的浓度存在于所述组合物中。

17.根据权利要求14-16中任一项所述的水基工业材料,其中所述无机金属化合物以所述组合物重量的约0.2-20%的浓度存在于所述组合物中。

18.根据权利要求14-17中任一项所述的水基工业材料,其中所述无机金属化合物包括无机锌化合物、无机镁化合物、无机铜化合物或无机锂化合物中的一种或两种。

19.根据权利要求18所述的水基工业材料,其中所述无机锌化合物包括氧化锌、硝酸锌、氯化锌和乙酸锌中的一种或多种。

20.根据权利要求18所述的水基工业材料,其中所述无机镁化合物包括氧化镁。

21.根据权利要求18所述的水基工业材料,其中所述无机铜化合物包括硫酸铜、硝酸铜、碳酸铜、氧化铜和乙酰丙酮酸铜中的一种或多种。

22.根据权利要求18所述的水基工业材料,其中所述无机锂化合物包括碳酸锂、乙酸锂、氟化锂、硫酸锂、硝酸锂、四硼酸锂、偏硼酸锂、焦磷酸锂、三聚磷酸锂、正硅酸锂和偏硅酸锂中的一种或多种。

23.根据权利要求14所述的水基工业材料,其中所述硅酸盐以所述组合物重量的约0.5-15%的浓度存在于所述组合物中。

24.根据权利要求14所述的水基工业材料,其中所述硅酸盐包括甲基硅酸钾和偏硅酸钠中的一种或两种。

25.根据权利要求14所述的水基工业材料,其中所述吡啶硫酮盐以约5-500ppm的浓度存在。

26.根据权利要求14所述的水基工业材料,其中所述吡啶硫酮盐包括吡啶硫酮锌和吡

啶硫酮钠中的一种或两种。

27.根据权利要求14所述的水基工业材料,其中所述有机胺包括pH调节剂。

28.根据权利要求27所述的水基工业材料,其中所述pH调节剂包括2-氨基-2-甲基-1-丙醇。

29.一种增强水基工业材料的容器内保存性能的方法,其包括向所述水基工业材料中加入有效量的权利要求1所述的多功能增强剂。

30.根据权利要求29所述的方法,其包括抑制或防止微生物在所述工业材料中的生长。

31.根据权利要求30所述的方法,其中所述微生物选自细菌、真菌、酵母、藻类、粘液及其组合。

基于聚醚胺的多功能增强剂组合物

[0001] 相关申请

[0002] 本申请基于并要求2022年6月10日提交的美国临时专利申请序列号63/351,025和2022年9月12日提交的美国临时专利申请序列号63/405,544的优先权,且其通过引用并入本文。

背景技术

[0003] 由于禁止或限制使用某些活性成分的规定,水基材料的保存仍然复杂。对于继续广泛使用的活性成分,有些在有效使用水平上带有标记指明。出于这个原因,行业非常需要改进罐内防腐剂在“无标记”水平上的活性的方法。

[0004] 部分由于防腐剂添加的监管和标记指明问题,欧盟许多涂料生产商(目前受杀生物剂产品管理局(BPR)监管)正在生产不含杀生物剂的漆。这些不含杀生物剂的漆是通过将pH调至～11来生产的,这通常被认为限制微生物的生长。然而,虽然漆不含杀生物剂,但它们也不是没有问题。例如,高pH可引起刺激,限制了许多常用的漆添加剂的使用,且已检测到大量水平低嗜碱性细菌在漆中活跃生长。

[0005] BIT在涂料中的典型使用水平为200-500ppm。由于BIT的弱点(例如对假单胞菌的功效),通常将活性物质与另外的杀生物剂成分结合。然而,监管机构继续限制另外的杀生物剂成分以及BIT的使用水平,迫使“剩余”成分(如BIT)在低水平下成为防腐的主力。在低使用水平下,单一活性保存的组合可导致工厂环境中对杀生物剂产生耐受性,并导致在工业环境中难以补救的严重腐败问题。

[0006] 除了监管机构设定的限制之外,即使在可接受的活性物质使用水平更广泛且不受标记指明影响的地区,生产商也很难以合理的使用成本实现良好的保存。

[0007] 出于这些原因,行业迫切需要提供一种多功能增强剂,其同时改进活性成分的活性,以改进整体保存品质或使保存水平能够满足某些地区的“无标记”要求。此外,由于成分的多功能,可同时节省和SKU减少许多其他添加剂(例如分散剂、消泡剂、流变改性剂、表面活性剂、pH调节剂)所提供的功能。

[0008] 发明概述

[0009] 本公开内容通常涉及一种多功能增强剂组合物,其包含聚醚胺和至少一种添加剂,所述添加剂包括无机金属化合物、硅酸盐、吡啶硫酮盐和有机胺,其中R1为H或C1-C9烷基,R2、R3和R4中的每个独立地为H或CH3,x、y和z中的每个独立地为1-10。根据本公开内容,聚醚胺与添加剂的重量比为约1:5-100:1。

[0010] 以下更详细地讨论了本公开内容的其他特征和方面。

[0011] 附图的简要说明

[0012] 本公开内容的完整和启用公开内容更具体地阐述于说明书的其余部分中,包括参考附图,其中:

[0013] 图1描述BIT和分散增强剂(1737-35)组合在24小时内对铜绿假单胞菌(ATCC# 10145)的杀灭曲线。

[0014] 图2描述BIT和溶解增强剂(1737-67)组合在24小时内对铜绿假单胞菌(ATCC#10145)的杀灭曲线。

[0015] 图3描述BIT和溶解增强剂(1737-72)组合在24小时内对铜绿假单胞菌(ATCC#10145)的杀灭曲线。

[0016] 图4显示了使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的建筑半光漆8周内的L*、ΔE值和黄度指数结果。

[0017] 图5描述使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”测试的实验室试验8周内对建筑半光漆的实验室试验的pH读数。

[0018] 图6描述使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的建筑半光漆的研磨细度、空气含量和不透明度。

[0019] 图7描述使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的标准建筑半光漆的KU粘度曲线。

[0020] 图8A描述使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的建筑漆的煤黑颜色分析。

[0021] 图8B描述使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的建筑漆的酞菁蓝比色读数。

[0022] 图8C描述使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的建筑漆的氧化铁红比色读数。

[0023] 图9描述使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的建筑半光漆的耐擦拭循环失效结果。

[0024] 图10描述由使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的半光泽建筑漆制备的膜的实际耐洗性测试结果。

[0025] 图11显示了由使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的半光泽建筑漆制备的膜的实际耐洗性测试结果。

[0026] 图12描述由使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的建筑漆制备的膜的耐污性测试与L*和ΔE值。

[0027] 图13描述由使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的建筑漆制备的膜的加速风化(加速耐候性)暴露结果(循环UV:60℃下8小时。冷凝:50℃下4小时)。

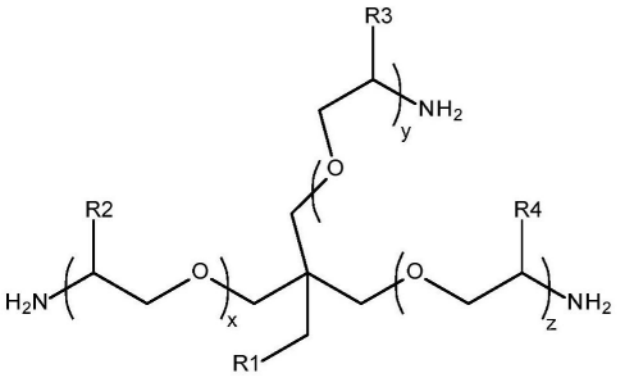
[0028] 图14描述使用和不使用Jeffamine T-403或“1737-72”的建筑漆的测试样品的罐内外观和分离或沉降程度。

[0029] 本说明书和附图中重复使用的参考字符旨在表示本发明相同或类似的特征或元素。

[0030] 发明详述

[0031] 本领域的普通技术人员应当理解,当前的讨论仅是对示例性实施方案的描述,并非旨在限制本公开内容的更广泛方面。

[0032] 本公开内容总体上涉及一种多功能增强剂组合物,其包含具有下式I结构的聚醚胺:

[0033] 

(I)；和

[0034] 至少一种添加剂,包括无机金属化合物、硅酸盐、吡啶硫酮盐和有机胺,其中R1为H或C_1-C_9烷基,R2、R3和R4中的每个独立地为H或CH_3,x、y和z中的每个独立地为1-10。根据本公开内容,聚醚胺与添加剂的重量比为约1:5-100:1。

[0035] 令人惊讶地,聚醚胺单独或与另外的组分组合起着多功能增强剂的作用,同时增强罐内防腐剂的活性,且为涂料性能提供其他益处(例如流变性、pH稳定性、颜色接受度或其组合)。

[0036] 式I的聚合度(x、y和z)独立地为1-10。在某些情况下,聚合度x、y和z可相同或不同。例如,x可以为1,y可以为2,z可以为3。在另一情况下,x、y和z可以每个均为2。在一个实施方案中,聚合之和(例如,x、y和z值的总和)不小于5,例如6、7、8、9或10。在一个实施方案中,x、y和z值之和不大于10。

[0037] 聚醚胺是伯脂族聚胺。例如,聚醚胺可以是聚氧亚丙基三胺或聚氧亚丙基三胺。在一个实施方案中,式I的聚醚胺是**Jeffamine®** T403聚醚胺(德克萨斯州休斯顿,Huntsman Corp.)。本公开内容的多功能增强剂可以包含一种或多种聚醚胺。聚醚胺可在组合物中以约20-80wt%,例如约25-75wt%,例如约35-60wt%,例如约40-55wt%,或者它们之间的任何范围存在,基于所述组合物的重量。

[0038] 此外,本文公开的多功能增强剂组合物中的式I的聚醚胺与至少一种添加剂或增强剂组合,所述添加剂或增强剂包括无机金属化合物、硅酸盐、吡啶硫酮盐、有机胺或其组合。在一个实施方案中,聚醚胺与添加剂的重量比为约1:500-50:1,例如约1:400-40:1,例如约1:250-25:1,例如约1:100-20:1,例如约1:50-15:1,例如约1:20-10:1,或它们之间的任何范围。

[0039] 在一个实施方案中,本文公开的多功能增强剂组合物包含无机金属化合物。例如,无机金属化合物可包括但不限于无机锌化合物、无机镁化合物、无机铜化合物、无机锂化合物或其组合。在一个实施方案中,无机金属化合物是无机锌化合物,例如氧化锌(有时在本文中称为"ZnO")、硝酸锌、氯化锌和乙酸锌中的一种或多种。优选地,氧化锌包括粒径小于50微米的氧化锌。无机锌化合物在多功能增强剂组合物中以约0.2-5wt%、0.5-3.5wt%、1-2.5wt%、1.5-2wt%或它们之间的任何范围的浓度存在,基于所述组合物的重量。例如,聚醚胺与乙酸锌的重量比可在50:1-1:5的范围内(包括端点)。在一些实施方案中,本文公开的防腐剂组合物中的聚醚胺与乙酸锌的重量比为20:1-1:20、15:1-1:15、10:1-1:10、5:1-1:5或4:1-1:4。在另一实施方案中,聚醚胺与乙酸锌的重量比为2:1。

[0040] 与无机锌化合物组合的式I的聚醚胺能够充当多功能增强剂,以同时增强罐内防

腐剂的活性且为涂料性能提供其他益处(例如流变性、pH稳定性、颜色接受度或其组合),其浓度为约0.075-1wt%,例如约0.1-0.75wt%,例如约0.15-0.45wt%,或它们之间的任何范围。

[0041] 在一个实施方案中,无机金属化合物是无机镁化合物,例如氧化镁。例如,镁化合物可以约5-20wt%,例如约7.5-15wt%,例如约10-13.5wt%,或它们之间的任何范围的浓度存在于所述组合物中。

[0042] 在一个实施方案中,无机金属化合物为无机铜化合物,例如铜盐。例如,铜盐可包括硫酸铜、硝酸铜、碳酸铜、碳酸铜氢氧化物、氧化铜、氯氧化铜、氢氧化铜、乙酰丙酮酸铜、吡咯烷酮羧酸铜(PCA)、PCA甲基硅醇铜、乙酰酪氨酸铜甲基硅醇、乙酰甲磺酸铜、氨基乙酰氨基咪唑丙酸铜、吡啶甲酸铜、三肽-1铜、双(三肽-1)乙酸铜、抗坏血酸磷酸铜琥珀酰三肽-34、吡啶硫酮铜、磷酸铜钙钠、吡哆醛-5-磷酸铜、叶绿素铜钠、叶绿素铜、EDTA铜二钠,或其组合。在一个实施方案中,铜盐可包括硫酸铜、硝酸铜、碳酸铜、氧化铜和乙酰丙酮酸铜中的一种或多种。

[0043] 在一个实施方案中,无机金属化合物为无机锂化合物,例如锂盐。例如,锂盐可包括碳酸锂、乙酸锂、氟化锂、硫酸锂、硝酸锂、四硼酸锂、偏硼酸锂、焦磷酸锂、三聚磷酸锂、正硅酸锂、偏硅酸锂或其组合。

[0044] 在另一实施方案中,本文公开的多功能增强剂组合物可包含硅酸盐。硅酸盐可包括但不限于二氧化硅,例如改性二氧化硅和气相二氧化硅。在一个实施方案中,硅酸盐可以是甲基硅酸钾和偏硅酸钠(例如偏硅酸钠五水合物)中的一种或两种。商业实例包括Silres 168(Wacker)、Tyson WR50(Tyson,新加坡)和Xiameter OFS0777(Corning)。硅酸盐以约0.5-15wt%,例如约1-10wt%,例如约2.5-7.5wt%,或它们之间的任何范围存在于多功能增强剂组合物中,基于所述组合物的重量。

[0045] 在一个实施方案中,本文公开的多功能增强剂组合物可包含一种或多种吡啶硫酮盐。例如,这样的吡啶硫酮盐可包括吡啶硫酮锌、吡啶硫酮钠、吡啶硫酮钾、吡啶硫酮锂、吡啶硫酮铵、吡啶硫酮钙、吡啶硫酮镁、有机胺吡啶硫酮、吡啶硫酮钡、吡啶硫酮锶、吡啶硫酮铜、吡啶硫酮镉或其组合。在一个实施方案中,本文公开的多功能增强剂组合物不包含吡啶硫酮盐。在另一实施方案中,所述多功能增强剂组合物可包含吡啶硫酮锌和吡啶硫酮钠中的一种或两种。吡啶硫酮盐以约0.005-1%,例如约0.015-0.5%,例如约0.025-0.25%,或它们之间的任何范围存在于多功能增强剂组合物中,基于所述组合物的重量。例如,吡啶硫酮盐在多功能增强剂组合物中以约5-500ppm,例如约50-300ppm,例如约100-250ppm,或它们之间的任何范围存在。

[0046] 在一个实施方案中,本文公开的多功能增强剂组合物可包含有机胺,例如pH调节剂。有机胺可包括但不限于2-氨基-2-甲基-1-丙醇(AMP95)、乙醇胺、1-氨基-2-丙醇、3-氨基-1-丙醇、2-(甲氨基)乙醇、2-(乙氨基)乙醇、2(丙氨基)乙醇、2(异丙氨基)乙醇、二乙醇胺、三乙醇胺、二异丙醇胺、三异丙醇胺、2-氨基-2-乙基-1,3-丙二醇(也称为AEPD)、2(2-氨基乙氧基)乙醇(也称为二甘醇胺)、N-甲基二乙醇胺、N,N-二甲基乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺、N,N-二丁基氨基乙醇、N,N二甲氨基-2-丙醇等。有机胺可以单独使用或以任何组合使用。在一个实施方案中,有机胺可包括2-氨基-2-甲基-1-丙醇(AMP95)。例如,AMP95以约25-75wt%,例如约40-65wt%,例如约50-60wt%,或者它们之间的任何范围的浓度存在于所述

组合物中。

[0047] 有利地,包含本文公开的多功能增强剂组合物的水基工业材料不含有或“基本上不含”杀生物剂。在一个实施方案中,本文公开的多功能增强剂组合物不含有杀生物剂,例如异噻唑啉-3-酮。例如,水基工业材料“基本上不含”1,2-苯并异噻唑啉-3-酮(BIT)、N-(正丁基)-1,2-苯并异噻唑啉-3-酮、4,5-二氯-2-正辛基-4-异噻唑啉-3-酮(DCOIT)、2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、5-氯-2-甲基-2H-异噻唑-3-酮/2-甲基-2H-异噻唑-3-酮(CMIT/MIT)或其组合。但是,如果需要,根据本公开内容的实例方面的水基工业材料可包括另外的非异噻唑啉酮杀生物剂。例如,水基工业材料可以含有一种或多种非异噻唑啉酮杀生物剂,例如甲基苯并咪唑-2-基氨基甲酸酯(BCM)、IPBC、3-(3,4-二氯苯基)-1,1-二甲基脲(敌草隆)和/或2-溴-2-硝基丙烷-1,3-二醇(溴硝丙二醇)。可使用的补充除藻剂包括但不限于2-叔丁氨基-4-乙氨基-6-甲硫基-1,3,5-三嗪(特丁净)和3-(4-异丙基苯基)-1,1-二甲基脲(异丙隆)。

[0048] 非异噻唑啉酮杀生物剂的其他实例是四烷基鏻卤化物,胍衍生物,含咪唑化合物例如4-[1-(2,3-二甲基苯基)乙基]-1H-咪唑[美托咪啶]和衍生物,大环内酯(包括阿维菌素及其衍生物例如伊维菌素),或刺糖多糖及其衍生物例如刺糖素,或酶例如氧化酶,或蛋白水解、半纤维素水解、纤维素水解、脂肪水解或淀粉水解活性酶。

[0049] 本文公开的多功能增强剂组合物中存在的任何杀生物剂将有利的处于相对细颗粒形式,例如,粒度为5-75微米的颗粒。可以使用常规技术例如研磨、磨碎、筛分等获得所需的粒度。杀生物剂以约0.001-1%,例如约0.015-0.85%,例如约0.25-0.5%,或它们之间的任何范围存在于多功能增强剂组合物中,基于所述组合物的重量。例如,杀生物剂在多功能增强剂组合物中以约50-1500ppm,例如约100-1000ppm,例如约250-750ppm,例如约350-500ppm,或者它们之间的任何范围存在。

[0050] 任选地,本公开内容的多功能增强剂组合物可以使用一种或多种表面活性剂。表面活性剂起乳化剂的作用,并帮助将制剂中的水不溶性成分保持在小颗粒悬浮在水相中的稳定分散体(乳液)形式。

[0051] 适合类型的非离子表面活性剂包括但不限于聚氧亚烷基二醇烷基醚(例如聚氧乙二醇烷基醚、聚氧亚丙基烷基醚、聚氧亚乙基/亚丙基烷基醚)、葡萄糖苷烷基醚、聚氧亚烷基二醇烷基酚醚(例如聚氧乙二醇烷基酚醚、聚氧丙二醇烷基酚醚、聚氧乙二醇/丙二醇烷基酚醚)、甘油烷基酯、聚氧亚烷基二醇脱水山梨糖醇烷基酯(例如聚氧乙二醇脱水山梨糖醇烷基酯)、脱水山梨糖醇烷基酯、椰油酰胺MEA、椰油酰胺DEA、聚乙二醇和聚丙二醇的嵌段共聚物(泊洛沙姆)、聚烷氧基化牛脂胺、烷氧基化脂肪酸等及其组合。

[0052] 特定的非离子表面活性剂包括烷氧基化脂族一元醇和烷氧基化芳族一元醇。此类表面活性剂通常通过使一种或多种环氧烷(例如环氧乙烷、环氧丙烷、环氧乙烷和环氧丙烷的混合物)与一种或多种一元醇(例如脂族醇,其可以是例如直链或支化的、伯或仲,或芳族醇例如苯酚,包括烷基和芳烷基取代的苯酚)反应而制备。每摩尔一元醇反应的环氧烷的摩尔数可以根据需要而变化,但通常平均为约2-50。如果使用多于一种类型的环氧烷,则环氧烷可以作为混合物反应(以提供具有无规共聚物结构的聚氧亚烷基片段)或顺序反应(以提供具有嵌段共聚物结构的聚氧亚烷基片段)。

[0053] 用于本公开内容的另一类型的非离子表面活性剂是烷氧基化脂族一元醇,其是乙

氧基化C_{10}-C_{18}脂族醇(特别是直链伯C_{12}-C_{16}脂族醇(或此类醇的混合物),其已与每摩尔脂族醇约6-15摩尔环氧乙烷反应以提供每分子平均含有约6-15个氧亚乙基重复单元的烷氧基化醇)。例如,烷氧基化脂族一元醇可以是每分子平均含有约8-12个环氧乙烷单元的乙氧基化C_{12}-C_{16}直链脂族醇。特别是,平均含有约10个环氧乙烷单元的乙氧基化十三醇适用于本公开内容。

[0054] 本公开中使用的另一类型的非离子表面活性剂是含有环氧乙烷和环氧丙烷单元的烷氧基化C_2-C_8脂族醇。例如,C_2-C_8脂族醇可以是正丁醇。环氧乙烷和环氧丙烷单元可以嵌段方式排列(例如表面活性剂可以含有聚氧亚乙基嵌段和聚氧亚丙基嵌段)。烷氧基化苯酚也适合用作非离子表面活性剂,特别是其中苯酚可以被一个或多个烷基(特别是长链烷基,例如壬基或十二烷基,或芳烷基,例如三苯乙烯基苯酚)取代的乙氧基化苯酚。

[0055] 合适的阴离子表面活性剂包括但不限于在表面活性剂头部含有阴离子官能团例如硫酸盐基团、磺酸盐基团、磷酸盐基团和羧酸盐基团的表面活性剂。阴离子官能团的阳离子抗衡离子可以是例如碱金属(例如Na、K)或胺(铵)阳离子,例如季铵。本公开内容中阴离子表面活性剂的可用类型包括但不限于烷基硫酸盐、烷基醚硫酸盐、硫酸化烷醇酰胺、甘油酯硫酸盐、烷基芳基磺酸盐(包括直链烷基苯磺酸盐、支化的烷基苯磺酸盐、烷基萘磺酸盐)、α-烯烃磺酸盐、木质素磺酸盐、磺基羧酸化合物(例如月桂基磺基乙酸钠、磺基琥珀酸盐(包括二烷基磺基琥珀酸盐)、磺基琥珀酰胺酸盐、有机磷表面活性剂、鞘苷、羟基烷磺酸盐、烷基磺酸盐、烷基苯氧基聚氧亚乙基丙基磺酸盐、聚氧亚乙基烷基磺基苯基醚盐、N-甲基-N-油基牛磺酸钠、N-烷基磺基琥珀酸单酰胺二钠、石油磺酸盐、硫酸化蓖麻油、硫酸化牛脂油、脂族烷基酯硫酸酯盐、烷基硫酸酯盐、烷基硫酸酯盐、聚氧亚乙基烷基醚硫酸酯、脂族单甘油酯硫酸酯盐、氢化椰子油脂肪酸的单硫酸化单甘油酯钠盐、聚氧亚乙基烷基苯基醚硫酸酯盐、烷基磷酸酯盐、聚氧亚乙基烷基醚磷酸酯盐、聚氧亚乙基烷基苯基醚磷酸酯盐、苯乙烯-马来酸酐共聚物的部分皂化化合物、烯烃-马来酸酐共聚物的部分皂化化合物、萘磺酸盐-甲醛缩合物、磺基乙酸高级烷基酯和1,2-二羟基丙烷磺酸的高级脂肪酸酯及其组合。在这些阴离子表面活性剂中特别的是磺酸盐表面活性剂,特别是烷基芳基磺酸盐,尤其是C_8-C_{18}烷基苯磺酸盐,例如十二烷基苯磺酸盐,及其组合。

[0056] 所用表面活性剂的总量应与组合物中可能存在的任何增稠剂和/或悬浮剂有效结合,以提供物理稳定的分散体。实现物理稳定的分散体所需的表面活性剂量将取决于许多因素,包括例如存在的聚醚胺和增稠剂/悬浮剂的类型和量以及所用表面活性剂的类型。然而,通常,所用表面活性剂的量足以提供约5:1-50:1或约6:1-20:1范围内的聚醚胺:表面活性剂的重量比。

[0057] 此外,某些表面活性剂和表面活性剂组合也具有公知的破坏膜的活性。这种活性是几种阳离子表面活性剂所共有的,而且某些非离子和离子表面活性剂也具有这种活性。

[0058] 如果需要,本公开内容的多功能增强剂组合物可包含一种或多种能够起到增稠剂或悬浮剂作用的物质,以使组合物物理稳定。特别地,选择增稠剂和/或悬浮剂的类型和量,使得在25℃下所得多功能增强剂组合物具有至少300cps的粘度。在其他实施方案中,所述多功能增强剂组合物在25℃下的粘度为至少400cps或至少500cps。通常,希望多功能增强剂组合物的粘度不要增加到难以通过泵送转移或处理多功能增强剂组合物的程度。使用布鲁克菲尔德粘度计(主轴#5,100rpm)测量粘度。

[0059] 合适的增稠剂/悬浮剂包括但不限于粘土(包括天然粘土和有机改性的粘土)、硅酸盐(例如二氧化硅,如改性二氧化硅和气相二氧化硅)、多糖(例如树胶,如黄原胶、纤维素聚合物)、聚丙烯酸酯等及其组合。

[0060] 除上述成分外,本公开内容的多功能增强剂组合物中还可存在一种或多种其他成分。然而,在一些实施方案中,所述多功能增强剂组合物基本上由上述成分组成或仅由上述成分组成,但在这样的实施方案中可任选存在一种或多种消泡剂。

[0061] 额外的任选组分包括但不限于分散剂、消泡剂(止泡剂,例如基于硅氧烷的消泡剂、基于矿物油的消泡剂、基于疏水性二氧化硅的消泡剂)、多价螯合剂/螯合剂、填料、着色剂、防冻剂、腐蚀抑制剂(防腐添加剂)、紫外线稳定剂、抗氧化剂、溶剂、共溶剂、阻垢剂等。

[0062] 根据本公开内容的多功能增强剂组合物可通过采用本领域已知的任何技术来制备,所述技术使用表面活性剂(乳化剂)、增稠剂、悬浮剂以及这些成分的组合来在水中形成水不溶性物质的分散体。例如,可将水装入合适大小的混合容器中,然后加入多功能增强剂组合物中所需的表面活性剂。在搅拌表面活性剂/水混合物的同时,加入聚醚胺和一部分增稠剂/悬浮剂。可继续以高速和/或高剪切混合,直至获得具有所需粒度(通常为5-75微米)的均匀乳液。在此步骤中,可将混合物加热至略高于室温的温度。然后可加入剩余的增稠剂/悬浮剂,并再次搅拌混合物直至均匀。可在最终加入增稠剂/悬浮剂之前将混合物冷却至室温。然后可以通过泵送或其他方式将多功能增强剂组合物转移到一个或多个合适的储存容器例如罐、桶或手提袋中。

[0063] 本公开内容的多功能增强剂组合物可用于在各种工作组合物(特别是水基产品)中赋予对微生物生长(包括细菌、真菌和藻类生长)的抵抗力。由于所述多功能增强剂组合物通常被制备含有相对高浓度的活性成分(即杀生物剂),它们通常以浓缩物的形式使用,和浓缩物以相对少的量与一种或多种其他成分组合,以配制适合其预期用途的最终产品。

[0064] 公开内容的工作组合物包含聚醚胺和本文公开的额外添加剂或增强剂。在一个实施方案中,所述多功能增强剂组合物包含聚醚胺和无机锌化合物。

[0065] 本文公开的多功能增强剂组合物可有效增强容器内防腐剂的性能。“容器内防腐剂的性能”是指增强各种性能,包括工业材料的流变性、pH稳定性、颜色接受度和防腐增强。例如,将本文公开的多功能增强剂或组合物以约0.2-0.4wt%的浓度加入非挥发性有机化合物(VOC)丙烯酸半光泽建筑涂料制剂中可增强粘度随时间的稳定性。

[0066] 在各方面,工作组合物是漆或涂料组合物,其中其他成分可包括一种或多种颜料、聚合物树脂粘结剂或填料(例如胶乳树脂)和携带载体(例如水)。特定的聚合物树脂可包括丙烯酸酯、丁二烯、PVA、EVA、苯乙烯或乙酸乙烯酯聚合物。在本公开内容的一个实施方案中,将所述多功能增强剂组合物以涂料组合物的约0.02-4wt%的量加入涂料组合物中,特别是水基涂料组合物(例如胶乳漆)。

[0067] 在另一示例性方面,本公开内容的水基工业材料可以是接缝密封化合物。接缝密封化合物(也称为墙板接缝化合物、干式墙接缝化合物或墙板泥)可用于将胶带粘贴到墙板(也称为干式墙、石膏板或石膏板)上,以覆盖胶带并隐藏墙板表面的瑕疵。典型的墙板接缝化合物可含有大量或大比例的石膏或石灰石和水以及相对小比例的石头、粘土和聚合物。

[0068] 本公开内容的另一示例性方面包括一种抑制或防止工业材料中微生物生长的方法,所述工业材料可受到或易受细菌、真菌、酵母、藻类和粘液的污染。例如,所述方法可包

括将根据本公开内容的示例性方面的多功能增强剂掺入工业材料中或掺入工业材料上,其量可有效对微生物的生长产生不利影响。

[0069] 本文公开的多功能增强剂可以加入到建筑漆中。在一个示例性实施方案中,建筑漆包括溶剂(例如水)、胶乳粘结剂(例如包括一种或多种丙烯酸酯、乙酸乙烯酯、氯乙烯和/或苯乙烯丁二烯单体的聚合物)和多功能增强剂。任选地,建筑漆还可包括分散剂和/或表面活性剂,以改善胶乳粘结剂在整个建筑漆中的分布。以这种方式,分散剂和/或表面活性剂可用于产生更均匀的混合物,其可以提供更均匀的建筑漆涂层。任选地,建筑漆可包括增稠剂以调节建筑漆的粘度,从而改善湿漆对施涂器(例如刷子或滚筒)的粘附性。任选地,建筑漆可包括一种或多种颜料(例如TiO_2),用于为建筑漆提供颜色。任选地,建筑漆可包括共溶剂(例如乙二醇),其可以改善建筑漆的各组分的溶解性。根据本公开内容的实施方案的一个示例性方面可包括非挥发性或低挥发性有机化合物(VOC)含量。高VOC被认为是环境危害,且对在密闭和/或不通风空间中工作的油漆工来说有人身危害。在这些空间中,VOC可聚集在空气中,这可引起油漆工出现呼吸问题和可能的健康问题。用于改变漆开放时间的许多已知漆添加剂已知具有高VOC,这带来了挑战。开放时间性能差可需要增加工作时间来纠正错误,例如漆组合物固有的条纹。因此,改善开放时间同时减轻VOC含量可以为漆项目的成本和效率以及油漆工的健康带来巨大优势。

[0070] 示例性实施方案的另一方面可包括一类胶乳粘结剂。胶乳粘结剂可包括适合于建筑漆的各种聚合物,例如丙烯酸酯(例如聚甲基丙烯酸甲酯),其可以形成为均聚物或共聚物。例如,共聚物可包括引入另一单体(例如丁二烯苯乙烯)。在一些实施方案中,丙烯酸酯可以被改性以包括一个或多个腈基。因此,胶乳粘结剂可包括各种丙烯酸酯、丙烯酸酯丁二烯苯乙烯共聚物和丙烯腈丁二烯苯乙烯共聚物。此外,这些胶乳粘结剂是出于示例性目的而提供的,且可以单独使用或与公开内容的实施方案组合使用额外的胶乳粘结剂。

[0071] 作为说明性实例,本公开内容的实施方案可包括一种建筑漆,其包括具有丙烯酸酯的胶乳粘结剂。丙烯酸酯可包括包含一种或多种丙烯酸酯单体的聚合物或共聚物。丙烯酸酯聚合物或共聚物的示例性方面可包括一定质量分数的丙烯酸酯单体。例如,丙烯酸酯可包括共聚物,所述共聚物包括丙烯酸酯单体(例如甲基丙烯酸甲酯)和第二单体(例如丁二烯苯乙烯)的共聚物。丙烯酸酯单体相对共聚物总重量的质量分数可以定义质量分数。在一些丙烯酸酯中,丙烯酸酯单体相对共聚物总重量的质量分数可以为不小于约20wt%且不大于约100wt%,例如不小于约30wt%且不大于约80wt%,不小于约40wt%且不大于约70wt%,或者不小于约45wt%且不大于约60wt%(例如100wt%、95wt%、90wt%、85wt%、80wt%、75wt%、70wt%、65wt%、60wt%、55wt%或50wt%。特别地,某些实施方案可包括丙烯酸酯单体相对丙烯酸酯总重量的质量分数大于50wt%的丙烯酸酯。

[0072] 根据本公开内容配制的示例性实施方案可为配制低VOC建筑漆提供额外的益处。特别地,示例性实施方案可包括可被视为低或无VOC的溶剂。例如,水不是有机化合物,因此优选将其加入本公开内容的建筑漆中。除水之外,还可加入共溶剂以改善建筑漆成分的溶解性(例如多功能增强剂、表面活性剂、颜料等)。示例性共溶剂可不含VOC(例如丙酮、AMP-95、碳酸二甲酯、乙酸甲酯、对氯三氟甲苯、乙酸叔丁酯和碳酸亚丙基酯)或以较低浓度(例如较低wt%)包括以限制建筑漆的VOC浓度。

[0073] 例如,本公开内容的某些实施方案可包括VOC含量为<0.001%的建筑漆,基于建筑

漆的总重量。VOC含量可以使用各种方法测定,优选示例性实施方案可包括根据用于表面涂料的EPA方法24测定的具体VOC含量。

[0074] 在一些示例性实施方案中,还可以使用测定VOC含量的替代方法来测定VOC含量。例如,ASTM D6886-14没有根据化学性能具体定义VOC成分的构成,而是表明在气相色谱图中产生峰的任何成分都被视为VOC(免除或未免除)。此外,IOS11890-2可用于根据预定义的沸点极限确定VOC含量。例如,如果术语"VOC"用于沸点低于所述沸点极限的化合物,则使用纯度已知且沸点(BP)在定义的最大值的±3℃范围内的标记化合物。因此,如果采用欧盟对VOC的定义(即,任何沸点低于250℃的化合物均归类为VOC),则十四烷(BP为252.6℃)或类似沸点的非极性化合物可用作非极性体系的标记化合物,而己二酸二乙酯(BP为251℃)可用于极性体系,

[0075] 根据本公开内容的示例性实施方案可包括使用本文公开的方法之一(例如,EPA方法24)确定的VOC含量不小于0.00001%且不大于0.001%,例如VOC含量不小于0.00005%且不大于0.0008%,或不小于0.0001%且不大于0.0005%。在一些实施方案中,VOC含量可以基本为零,例如包括基于用于确定VOC含量的分析工具(例如气相色谱仪)基本不可检测的VOC量。

[0076] 对于示例性实施方案,所述多功能增强剂可以有效量存在于建筑漆中,即使在低湿度环境中也能减少条纹。例如,所述多功能增强剂可以不小于约0.1%且不大于约5%,例如不小于约0.5%且不大于约4.5%,不小于约1.0%且不大于约4.0%,不小于约1.2%且不大于约3.5%,和不小于约2%且不大于约3%的浓度存在,基于多功能增强剂的重量相对建筑漆的总重量。

[0077] 根据本公开内容的一些实施方案的另一方面可包括不小于5%且不大于70%的固体含量,例如不小于8%且不大于50%或不小于10%且不大于30%,例如12%、14%、15%、16%或18%,基于胶乳粘结剂的总重量。

[0078] 根据本公开内容的一些实施方案的方面,水基工业材料可包括一定重量比的多功能增强剂与胶乳粘结剂。有利地,所述多功能增强剂与胶乳粘结剂的重量比为不大于1:999且不小于1:9,例如不大于1:900且不小于1:9、不大于1:800且不小于1:9、不大于1:800且不小于1:90、或不大于1:800且不小于1:200(例如1:900、1:800:1:700、1:600、1:500、1:400、1:300、1:200或1:100)。

[0079] 本文使用的多功能增强剂与胶乳粘结剂的重量比应以多功能增强剂为基准来理解。因此,不大于1:999应理解为对于每1重量单位的多功能增强剂,存在不大于999重量单位的胶乳粘结剂。作为用于说明的另一实例,不小于1:9应理解为对于每1重量单位的多功能增强剂,存在不小于9重量单位的胶乳粘结剂。

[0080] 某些实施方案的一个示例性方面可包括由于将多功能增强剂加入建筑漆中而导致的开放时间的增加。为了确定开放时间的增加,可以通过将有效量的多功能增强剂加入基础漆中来改性具有不包括所述多功能增强剂的组合物的基础漆以产生建筑漆。对于一些实施方案,将有效量的多功能增强剂加入基础漆可以产生针对建筑漆确定的开放时间相对于单独的基础漆或参考漆增加不小于10%,例如不小于20%,例如不小于30%,例如不小于40%,例如不小于50%,例如不小于60%,例如不小于75%。开放时间可以使用多种方法来测定,优选地,根据本公开内容的实施方案可以根据OTA测试ASTM D7488-11"胶乳漆开放时

间的标准测试方法”来测定开放时间。

[0081] 可供选择或另外地,一些实施方案的另一示例性方面可包括由于将所述多功能增强剂加入漆组合物中而导致的耐擦拭性的增加。为了确定耐擦拭性的增加,可以使用测试方法例如ASTM D2486来比较失效和/或多次擦洗之后基材暴露的擦洗次数。例如,可以使用基础漆将第一涂层施加到基材上,并使用建筑漆将第二涂层施加到基材上,其中建筑漆是通过向基础漆中添加有效量的多功能增强剂而配制的。在对涂层施加磨蚀力(例如擦拭)之后,可以至少部分地基于涂层的去除和/或基材的暴露来确定耐擦拭性。在一些实施方案中,添加有效量的多功能增强剂可产生的耐擦拭性(相对于基础漆)提高不小于300%且不大于1000%,例如不小于500%且不大于800%,例如约750%。

[0082] 可供选择或另外地,一些实施方案的另一示例性方面可包括由于将多功能增强剂加入漆组合物中而导致的耐污性的增加。为了确定耐污性的增加,可以使用测试方法例如ASTM D4828来比较失效和/或多次污染之后基材暴露的污染数量。例如,可以使用基础漆将第一涂层施加到基材上,并使用建筑漆将第二涂层施加到基材上,其中建筑漆是通过向基础漆中添加有效量的多功能增强剂而配制的。在对涂层施加磨蚀力(例如污染)之后,可以至少部分地基于涂层的去除和/或基材的暴露来确定耐污性。应当理解,本文公开的聚醚胺不被用作化学反应物作为形成涂层的主要机制。

[0083] 本公开内容的实施方案还可包括调整基础漆(例如水性胶乳漆)开放时间的方法。所述方法可包括使用具有如本文描述的式I结构的多功能增强剂形成水性胶乳漆(例如水基丙烯酸酯)。

[0084] 使用所述多功能增强剂形成水性胶乳漆的一个示例性方面可包括在添加多功能增强剂的同时使水性胶乳漆均质化。均质化可包括各种形式的混合,以促进多功能增强剂与水性胶乳漆的结合。例如,均质化可包括以指定的每分钟转数(RPM)混合水性胶乳漆、以指定的频率对水性胶乳漆进行超声处理和/或涡旋水性胶乳漆。以这种方式,所述多功能增强剂可被引入整个水性胶乳漆中以根据本公开内容的示例性实施方案生产建筑漆。因此,示例性实施方案还可包括生产建筑漆的方法,例如使用本公开内容的示例性方法生产本公开内容的示例性建筑漆。

[0085] 生产建筑漆的方法的另一方面可包括确定基础漆(例如水性胶乳涂料)的固体含量,且至少部分地基于固体含量,将一定量的化合物I加入基础漆中。特别地,固体含量可以确定包括有效量的多功能增强剂的基础。例如,可以根据固体含量确定胶乳粘结剂的量,且可以根据本文示例性实施方案中公开的多功能增强剂与胶乳粘结剂的比例确定多功能增强剂的有效量。

[0086] 根据本公开内容生产建筑漆的一些方法可以进一步包括通过调节聚合程度(例如通过选择x、y和/或z)来改变式I,以改变水性胶乳漆的开放时间。

[0087] 前述描述本质上是示例性的,并非旨在以任何方式限制本公开内容的范围、适用性或配置。在不脱离本公开内容范围的情况下,可在功能和描述元素的配置上进行描述实施方案的各种改变。

[0088] 除非另外限定,本文使用的所有技术和科学术语具有与本发明涉及领域中的普通技术人员通常理解的相同含义。

[0089] 如本申请和权利要求书中使用的,除非上下文另外明确规定,单数形式“一个”、

“一种”和“所述/该”包括复数形式。此外,术语“包括”表示“包含”。本公开内容的方法和组合物(包括其组分)可包括本文所述实施方案的基本要素和限制以及本文所述或以其他方式可用于杀生物剂组合物的任何额外或任选成分、组分或限制、由本文所述实施方案的基本要素和限制以及本文所述或以其他方式可用于杀生物剂组合物的任何额外或任选成分、组分或限制组成或基本上由本文所述实施方案的基本要素和限制以及本文所述或以其他方式可用于杀生物剂组合物的任何额外或任选成分、组分或限制组成。

[0090] 除非另外指出,在说明书或权利要求书中使用的表示成分的量、性能例如分子量、百分比等的所有数值应理解为由术语“约”修饰。因此,除非另有说明(隐含或明确),否则列出的数值参数是近似值,其可取决于所寻求的期望性能和/或在标准测试条件/方法下的检测限。当直接和明确地将实施方案与所讨论的现有技术区分开来时,除非引用“约”一词,否则实施方案数字不是近似值。

[0091] 如本文使用的“任选的”或“任选地”是指随后描述的材料、事件或情况可存在或发生,或可不存在或发生,且描述包括材料、事件或情况存在或发生的情况以及不存在的情况。如本文使用的“w/w%”和“wt%”是指相对于另一组分的重量或占组合物总重量的百分比。

[0092] 术语“约”意指大约、在…范围内、大致或周围。当术语“约”与数值范围一起使用时,它通过扩展边界高于和低于所列数值来修改该范围。除非另有说明,否则应理解为以下说明书和所附权利要求中列出的数值参数是近似值。至少,且不作为限制等同原则应用于权利要求范围的尝试,数值参数应该根据所报告的有效数字的数值和通过应用普通四舍五入技术来理解。

[0093] 当用术语“基本上不含”来描述材料中物质的量时,该术语不限于完全不含且可对应于材料中不存在任何可察觉或可检测的所述物质的量。因此,例如,当材料中物质的量小于用于测量材料中物质量的行业认可仪器或测试的精度时,材料“基本上不含”该物质。在一些示例性实施方案中,当材料中物质的量小于材料重量的10%、小于9%、小于8%、小于7%、小于6%、小于5%、小于4%、小于3%、小于2%、小于1%、小于0.5%或小于0.1%时,材料可“基本上不含”该物质。

[0094] 短语“有效量”是指促进、改善、刺激或鼓励对特定病症或障碍或该病症或障碍的特定症状的反应的化合物的量。

[0095] 本文使用的术语“增强剂”和“助剂”是指在与活性化合物结合使用时可以影响活性化合物的性能但其本身不表现出任何杀生物活性和/或在相关使用水平下在本发明的组合物中本身不表现出显著的杀生物活性的添加剂。

[0096] 本文使用的术语“杀生物剂”是指旨在抑制或杀死涂层表面上的生物和/或在表面应用之前防止或杀死水性漆或涂层中“罐内”生物生长的任何化学化合物。

[0097] 术语“防污漆”和“防污涂层”在本文中可互换使用。

[0098] 本文使用的术语“第一”、“第二”和“第三”可以互换使用,以区分一个组分与另一组分,并不旨在表示各个组分的位置或重要性。

[0099] 此处以及整个说明书和权利要求书中,范围限制是组合和可互换的,这些范围被识别并包括其中包含的所有子范围,除非上下文或语言另有说明。例如,本文公开的所有范围均包括端点,且端点可独立地相互组合。

[0100] 本文使用的术语“D50”或“D50粒度”是指体积中值粒度,其中样品体积的50%的颗粒的尺寸低于该范围或值。

[0101] 类似地,本文使用的术语“D95”或“D95粒度”是指样品体积的95%的颗粒的尺寸低于该范围或值的值。

[0102] 如本文使用的,除非另有明确说明,本文使用的术语“粒度”指中值粒度D50。粒度可采用激光散射粒度分析仪测量,例如HORIBA LA 910粒度分析仪。

[0103] 术语“中值粒度”和“平均粒度”以及D50本文可互换使用。

[0104] 本文使用的术语“微粉化”是指中值粒度(D50)在0.01-25微米范围内。

[0105] 本书面描述使用实例来公开本公开内容,包括最佳模式,且还使本领域技术人员能够实践本公开内容,包括制备和使用任何设备或系统以及执行任何包括的方法。本公开内容的可专利范围由权利要求书限定,且可包括本领域技术人员想到的其他实例。如果这些其他实例包括与权利要求书的文字语言没有差异的结构元素,或者如果它们包括与权利要求书的文字语言没有实质性差异的等效结构元素,则这些其他实例旨在权利要求书的范围内。

[0106] 此外,根据以下实施例可更好地理解本公开内容的一些方面,这些实施例旨在为非限制性且本质上是示例性的。此外,应理解,实施例中描述的组合物可基本上不含任何未明确描述的物质。

实施例

[0107] 实施例1

[0108] 确定了含Jeffamine T403结合其他成分的共混物的活性改进。添加了甲基硅酸钾(CAS#31795-24-1)和金属氧化物,并确定了与传统杀生物剂结合对抗假单胞菌的效果。所得分散型制剂由60%的Jeffamine T403、5%的甲基硅酸钾和3%的氧化镁(1737-34)或3%氧化锌(1737-35)以及32%的惰性材料(包括表面活性剂、乳化剂和溶剂)制备。

[0109] 参考号“1737-34”

化学名称	百分比
Jeffamine T403	60%
氧化镁	3.0%
Huber 90	5.0%
Arlacel 83	1.5%
Ethylan NS 500LQ	2.0%
Aerosil R972	2.0%
甲基硅酸钾	5.0%
Methocil K100M	0.05%
蒸馏水	19.45%
聚丙二醇 200	2.0%

[0110]

[0111] 参考号“1737-35”

化学名称	百分比
Jeffamine T403	60%
氧化锌	3.0%
Huber 90	5.0%
Arlacel 83	1.5%
Ethylan NS 500LQ	2.0%
Aerosil R972	2.0%
甲基硅酸钾	5.0%
Methocil K100M	0.05%
蒸馏水	19.45%
聚丙二醇 200	2.0%

[0112]

[0113] 商业产品组合物

[0114]

产品	活性含量	载体
Mergal K10N	10%BIT	水
Troyshield FSP40	40%吡啶硫酮钠	水
Mergal CM1.5	1.5%CMIT/MIT	水
AMP95	95%2-氨基-2-甲基-1-丙醇	-

[0115] 为了检验这些分散体的防腐增强潜力,进行了最小抑菌浓度(MIC)测试。使用以下特定测试参数通过微液体培养基稀释来测定MIC:

[0116]

格式	96-孔板
强度	~1.0*10^5 CFU/mL
标准化	OD_{600}
培养温度	37℃
培养时间	2 天
测试终点	没有生长(通过浊度)
测试介质	MHB

[0117] 通过OD_{600}计算必要生物体稀释,基于1.0的OD_{600}等同于8*10^{8}CFU/mL。对于每次试验,杀生物剂稀释以2倍增量进行。

[0118] 测试结果表明,氧化镁版本“1737-34”对BIT实现MIC值降低了2倍,对CMIT/MIT实现MIC值降低了4倍,但与吡啶硫酮钠明显拮抗。氧化锌版本“1737-35”对所有三种测试杀生物剂均实现很强的促进作用。与Jeffamine T403(表1)相比,分散增强剂“1737-34”在产品基础上较弱,而分散增强剂“1737-35”在w/w%基础上明显较强,尤其是与吡啶硫酮钠或CMIT/MIT结合时(表2)。

[0119]

测试杀生物剂	*铜绿假单胞菌*MIC, ppm(倍数减少)		
	0%	Jeffamine T403	
		0.075%	0.15%
Merga1 K10N	370	92(4)	92(4)
Merga1 CM1.5	74	19(4)	19(4)
Troyshie1d FSP40	148	296(0.5)	296(0.25)

[0120] 表1-三种杀生物剂单独使用和与Jeffamine T403联合使用对抗铜绿假单胞菌(ATCC#10145)的MIC。MIC值以ppm为单位报告。括号中报告了与未添加增强剂的对照相比的倍数减少。

[0121]

测试杀生物剂	*铜绿假单胞菌*MIC, ppm(倍数减少)				
	0	“1737-34”		“1737-35”	
		0.075%	0.15%	0.075%	0.15%
Merga1 K10N	370	185(2)	185(2)	93(4)	93(4)
Merga1 CM1.5	148	37(4)	37(4)	18(8)	18(8)
Troyshie1d FSP40	296	296(1)	592(0.5)	2(128)	2(170)

[0122] 表2-三种杀生物剂单独使用和与两种分散型增强剂联合使用对抗铜绿假单胞菌(ATCC#10145)的MIC。MIC值以ppm为单位报告。括号中报告了与未添加增强剂的对照相比的倍数减少。

[0123] 使用Mergal K10N(10%BIT)在500和1000ppm负载水平(50和100ppm BIT)下,添加和不添加0.15w/w%的增强剂“1735-37”生成杀灭曲线。使用在胰酶大豆液体培养基中生长的铜绿假单胞菌(ATCC#10145)培养物在含有指定水平的测试化合物的Mueller Hinton液体培养基中稀释至OD_{600}=0.7来绘制杀灭曲线。通过将1mL的样品加入9mL的Dey-Engley中和液体培养基中并在1x Butterfield磷酸盐缓冲液中进行连续稀释来收集时间点。在35℃

下过夜培养后,从胰酶大豆琼脂中的倾倒板中获得计数。在35℃下培养1、2、4和24小时后,在1x Dey-Engley液体培养基中用杀生物剂中和,并在板上连续稀释,进行活力测量。测试结果(图1)显示,24小时后,两种浓度的BIT均显示出生长抑制或从初始计数减少,但BIT和增强剂的组合实现完全杀死铜绿假单胞菌(<10CFU/mL)。增强剂显示出与对照相似的功效,强烈表明增强剂和BIT的组合协同作用杀死铜绿假单胞菌。

[0124] 实施例2

[0125] 为了测试增强剂在涂层中是否有效,使用诸如下述的一组工业上重要的细菌分离株进行了细菌攻击测试:粪产碱杆菌(ATCC#25094)、产气肠杆菌(ATCC#13048)、大肠杆菌(ATCC#11229)、铜绿假单胞菌(ATCC#10145)、金黄色葡萄球菌(ATCC#6538)、副氧化微杆菌(Troy分离株)、洋葱伯克霍尔德氏菌(Troy分离株)、乌克曼枸橼酸杆菌(Troy分离株)和不动杆菌属(Troy分离株)。所有细菌从在胰酶大豆液体培养基(TSB)中生长的单独的过夜培养物共混并以相等CFU经OD_{600}测量混合,然后稀释至$OD_{600}=7$(~10^9CFU/mL)以产生最终细菌混合菌群。在每次接种前不久制备每种混合物。如下进行接种:将0.1mL加入50g指定测试样品中,从而产生~10^7CFU/g/接种。在每次攻击后,通过将少量测试样品施加到胰酶大豆琼脂(TSA)上,以指定的间隔进行活力读数。然后将板在32℃下培养3-5天,之后用半定量标度评价。该标度通过目测评价沿着划线的菌落密度来估计近似的CFU/g。读数记录为从“0”到“4”的两个重复半定量读数的平均值。在每次活力读数之前和每次接种之后混合样品。

[0126]

菌落计数	等级	近似的 CFU/g[1]
0	0	<1
1-10	1	$10-10^2$
11-100	2	10^3-10^4
101-1000	3	10^4-10^5
>1000	4	$>10^5$

[0127] [1]Lunenburg-Duindam,Jenny&Lindner,Wolfgang,In-can preservation of emulsion paints,European Coatings Journal,66-73(2000)。

[0128] 攻击测试结果表明,含有高达0.05w/w%的Troyshield FSP40或Mergal K10N的漆极易受到细菌污染,而在剂量依赖物质中,与0.1-0.4w/w%的“1737-35”结合改进抗菌性超过杀生物剂的基线(表3)。

[0129]

添加的杀生物剂的量	添加的“1737-35”的量	#	细菌攻击后天数								
			1周			2周			3周		
			1天	2天	7天	1天	2天	7天	1天	2天	7天
–	–	1	3	4	4	4	4	4	4	4	4
	0.10 w/w%	1.1	4	4	4	3	4	4	4	4	4
	0.20 w/w%	1.2	3	2	4	3	4	4	4	4	4
	0.30 w/w%	1.3	3	3	0	2	3	4	4	4	4
	0.40 w/w%	1.4	2	2	0	3	1	0	3	2	0
0.015 w/w% Mergal K10N	–	1.5	4	4	4	4	4	3	4	4	4
	0.10 w/w%	1.6	4	3	4	4	4	3	4	3	4

[0130]

(15ppm BIT)	0.20 w/w%	1.7	3	2	2	4	4	4	4	3	2
	0.30 w/w%	1.8	4	3	2	3	3	4	4	4	4
	0.40 w/w%	1.9	2	2	0	2	2	0	2	2	0
0.050 w/w% Mergal K10N (50ppm BIT)	–	1.10	4	3	4	4	4	4	3	3	2
	0.10 w/w%	1.11	4	2	4	4	4	4	4	4	3
	0.20 w/w%	1.12	4	2	0	4	4	4	4	4	4
	0.30 w/w%	1.13	2	2	2	2	3	0	4	2	0
	0.40 w/w%	1.14	2	2	0	2	2	0	2	2	0
0.025 w/w% Troyshield FSP40 (100ppm NaPy)	–	1.15	3	3	3	3	3	4	4	4	4
	0.10 w/w%	1.16	3	2	0	3	2	0	3	3	0
	0.20 w/w%	1.17	1	0	0	3	1	0	2	0	0
	0.30 w/w%	1.18	1	0	0	3	1	0	2	0	0
	0.40 w/w%	1.19	1	0	0	3	1	0	2	0	0
0.050 w/w% Troyshield FSP40 (200ppm NaPy)	–	1.20	3	3	3	3	3	3	3	4	3
	0.10 w/w%	1.21	3	2	0	3	2	0	3	3	1
	0.20 w/w%	1.22	2	0	0	3	2	0	2	0	0
	0.30 w/w%	1.23	2	0	0	3	2	0	2	0	0
	0.40 w/w%	1.24	0	0	0	3	1	0	2	0	0

[0131] 表3-分散增强剂“1737-35”与低水平的BIT和NaPy的结合在内部漆#1(Ref#U21-0108-2)中的细菌攻击测试结果。通过标准是每次细菌攻击后7天的评级为“0”。

[0132] 实施例3

[0133] 生产了多功能增强剂的溶液版本,同时保持零VOC含量。溶液“1737-67”和“1737-72”由Jeffamine T403、甘油和甲基硅酸钾与不同浓度的乙酸锌和水组合产生。

[0134] 参考号“1737-67”

[0135]

化学品名	百分比
Jeffamine T403	60%
甘油	24.5%
乙酸锌	0.5%
甲基硅酸钾	3.0%
蒸馏水	12.0%

[0136] 参考号“1737-72”

[0137]

化学品名	百分比
Jeffamine T403	60％
甘油	24.5％

[0138]

乙酸锌	1.5％
甲基硅酸钾	3.0％
蒸馏水	11.0％

[0139] 与实施例1一样,测试通过测定“1737-67”和“1737-72”与Mergal K10N、Mergal CM1.5和Troyshield FSP40的增强活性开始。测试按照分散型版本所述进行。测试结果(表4)显示两种版本都可以显著增强Mergal CM1.5(CMIT/MIT)和Mergal K10N(BIT),但只有乙酸锌含量较高的版本可以增强Troyshield FSP40(吡啶硫酮钠)。值得注意地,“1737-72”比Jeffamine T403和分散增强剂“1737-35”是更有效的增强剂。

[0140]

测试杀生物剂	铜绿假单胞菌 MIC，ppm（倍数减少）				
	0	“1737-67”		“1737-72”	
		0.075％	0.15％	0.075％	0.15％
Mergal K10N	370	93 (4)	93 (4)	46 (8)	46 (8)
Mergal CM1.5	111	18 (6)	18 (6)	2 (56)	2 (56)
Troyshield FSP40	296	296 (1)	296 (1)	148 (2)	≤1 (≥296)

[0141] 表4-三种杀生物剂单独使用和与两种透明溶液增强剂联合使用对抗铜绿假单胞菌(ATCC#10145)的MIC。“1737-67”含有60％的Jeffamine T403、3％的甲基硅酸钾和0.5％的乙酸锌,且“1737-72”含有60％的Jeffamine T403、3％的甲基硅酸钾和1.5％的乙酸锌。MIC值以ppm为单位报告。括号中报告了与未添加增强剂的对照相比的倍数减少。

[0142] 进一步表征了透明溶液增强剂的活性。使用与分散增强剂“1737-35”(图1)相同的程序,但使用“1737-67”生成杀灭曲线。测试显示“1737-67”本身在0.15w/w％时没有活性,但显著改进50ppm和100ppm BIT的活性(图2)。增强杀灭曲线结果与分散版本“1737-35”相似。含有1.5％乙酸锌的溶液版本(1737-72)具有类似的增强活性(图3)。

[0143] 细菌攻击测试按照实施例2所述进行,但采用溶液版本“1737-67”和“1737-72”,同样旨在检查使用低水平的BIT和NaPy保存的漆的抗菌性改善。与分散增强剂“1737-35”一样,BIT水平选择为15和50ppm,且NaPy水平选择为100和200ppm。攻击结果表明,两种增强剂在低水平下均能有效增强BIT和NaPy,但与MIC实验(表4)一致,“1737-72”在增强NaPy方面明显比“1737-67”更有效(表5、6)。

[0144]

添加的杀生物剂的量	添加的“1737-67”的量	#	细菌攻击后天数								
			1周			2周			3周		
			1天	2天	7天	1天	2天	7天	1天	2天	7天
-	-	1	4	4	3	3	4	3	4	4	4
	0.10 w/w%	1.1	4	4	4	4	4	3	4	4	4
	0.20 w/w%	1.2	4	4	4	4	4	2	4	4	2
	0.30 w/w%	1.3	3	4	4	4	4	4	4	4	3
	0.40 w/w%	1.4	2	1	3	4	4	4	4	4	4
0.015 w/w% Merga1 K10N (15ppm BIT)	-	1.5	4	4	4	4	4	3	4	4	4
	0.10 w/w%	1.6	4	4	4	4	4	3	4	4	4
	0.20 w/w%	1.7	4	4	4	4	4	3	4	4	4
	0.30 w/w%	1.8	4	2	3	4	3	4	4	4	4
	0.40 w/w%	1.9	2	0	0	2	0	0	2	1	0
0.050 w/w% Merga1 K10N (50ppm BIT)	-	1.10	4	3	4	4	4	3	3	3	2
	0.10 w/w%	1.11	4	3	4	4	4	3	3	2	4
	0.20 w/w%	1.12	2	1	0	2	1	0	3	1	0
	0.30 w/w%	1.13	2	1	0	2	0	0	2	1	0
	0.40 w/w%	1.14	2	1	0	2	1	0	2	2	0
0.025 w/w% Troyshield FSP40 (100ppm NaPy)	-	1.15	3	4	3	4	4	4	4	4	4
	0.10 w/w%	1.16	3	4	3	4	4	4	4	4	4
	0.20 w/w%	1.17	3	3	3	4	4	4	4	4	4
	0.30 w/w%	1.18	2	0	0	3	3	4	4	4	4
	0.40 w/w%	1.19	1	3	0	4	4	4	4	4	4
0.050 w/w% Troyshield FSP40 (200ppm NaPy)	-	1.20	4	4	3	4	4	4	4	4	4
	0.10 w/w%	1.21	4	3	2	4	4	1	3	4	1
	0.20 w/w%	1.22	4	3	0	4	4	1	3	4	1
	0.30 w/w%	1.23	4	2	0	3	3	0	4	3	0
	0.40 w/w%	1.24	2	1	0	2	0	0	3	3	0

[0145] 表5-溶液增强剂“1737-67”与低水平的BIT和NaPy的结合在测试漆制剂(Ref#U21-0108-2)中的细菌攻击测试结果。通过标准是每次细菌攻击后7天的评级为“0”。

[0146]

添加杀生物剂的量	添加的“1737-72”的量	#	细菌攻击后天数								
			1周			2周			3周		
			1天	2天	7天	1天	2天	7天	1天	2天	7天
-	-	1	4	4	4	4	4	4	4	4	4

[0147]

	0.10 w/w%	1.1	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	0.20 w/w%	1.2	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	0.30 w/w%	1.3	3	1	0	4	4	4	4	4	4
	0.40 w/w%	1.4	2	1	0	4	3	4	4	4	4
0.015 w/w% Mergal K10N (15ppm BIT)	-	1.5	4	4	4	4	4	3	3	3	3
	0.10 w/w%	1.6	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	0.20 w/w%	1.7	3	3	3	4	4	4	4	3	3
	0.30 w/w%	1.8	2	2	0	2	1	0	4	4	4
	0.40 w/w%	1.9	2	1	0	4	4	3	4	4	4
0.050 w/w% Mergal K10N (50ppm BIT)	-	1.10	3	3	4	4	4	4	4	4	4
	0.10 w/w%	1.11	3	2	0	3	2	4	4	4	4
	0.20 w/w%	1.12	3	2	0	2	2	4	4	4	4
	0.30 w/w%	1.13	2	1	0	2	2	0	2	3	4
	0.40 w/w%	1.14	2	1	0	3	2	0	2	2	0
0.025 w/w% Troyshield FSP40 (100ppm NaPy)	-	1.15	4	4	3	4	3	4	4	4	4
	0.10 w/w%	1.16	3	4	4	4	4	4	4	4	4
	0.20 w/w%	1.17	2	1	0	2	2	0	4	1	0
	0.30 w/w%	1.18	2	0	0	2	0	0	2	0	0
	0.40 w/w%	1.19	1	0	0	2	0	0	2	0	0
0.050 w/w% Troyshield FSP40 (200ppm NaPy)	-	1.20	3	3	3	4	3	3	4	4	3
	0.10 w/w%	1.21	3	3	0	3	3	1	3	4	2
	0.20 w/w%	1.22	3	1	0	3	3	0	3	3	1
	0.30 w/w%	1.23	2	0	0	2	0	0	2	1	0
	0.40 w/w%	1.24	2	0	0	2	0	0	2	0	0

[0148] 表6-溶液增强剂“1737-72”与低水平的BIT和NaPy的结合在测试漆制剂(Ref#U21-0108-2)中的细菌攻击测试结果。通过标准是每次细菌攻击后7天的评级为“0”。

[0149] 实施例4

[0150] 增强剂“1737-72”可与其他成分组合,以增强其作为多功能成分的性能。AMP95(2-氨基-2-甲基-1-丙醇)是一种常用成分,用作漆制剂中的pH调节剂和缓冲剂。为了确保AMP95与“1737-72”的共混物能够保持作为增强剂的高效功能,进行了MIC增强实验和细菌攻击测试。AMP95与“1737-72”以1:1的重量百分比混合,产生无沉淀的透明均匀溶液。将该溶液用于测试。

[0151] MIC实验显示,增强剂在0.075和0.15w/w%时使BIT和CMIT/MIT的MIC降低2倍,并在0.15w/w%时使吡啶硫酮钠的MIC降低64倍(表7)。

[0152]

测试杀生物剂	铜绿假单胞菌 MIC, ppm(倍数减少)		
	0	“1737-72”:AMP95 (1:1)	
		0.075%	0.15%
Mergal K10N	370	185 (2)	185 (2)
Mergal CM1.5	74	37 (2)	37 (2)
Troyshield FSP40	296	296 (1)	4 (64)

[0153] 表7-三种杀生物剂单独使用和与“1737-72”和AMP95的1:1混合物的组合联合使用对抗铜绿假单胞菌(ATCC#10145)的MIC。MIC值以ppm为单位报告。括号中报告了与未添加增强剂的对照相比的倍数减少。

[0154] 对“1737-72”和AMP95组合进行的细菌攻击测试显示了低水平的BIT和吡啶硫酮钠的强烈的增强效果(表8)。

[0155]

添加的杀生物剂的量	添加的“1737-72”:AMP95 (1:1)的量	#	细菌攻击后天数								
			1周			2周			3周		
			1天	2天	7天	1天	2天	7天	1天	2天	7天
-	-	1	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	0.10 w/w%	1.1	4	4	4	4	4	4	4	4	3
	0.20 w/w%	1.2	4	3	3	3	3	2	4	4	4
	0.30 w/w%	1.3	3	3	0	3	2	0	3	2	0
	0.40 w/w%	1.4	3	3	0	3	3	0	3	2	0
0.015 w/w% Merga1 K10N (15ppm BIT)	-	1.5	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	0.10 w/w%	1.6	4	3	4	4	4	4	4	4	4
	0.20 w/w%	1.7	3	3	0	3	3	3	4	4	3
	0.30 w/w%	1.8	3	3	0	3	2	0	3	1	0
	0.40 w/w%	1.9	3	3	0	3	3	0	3	2	0
0.050 w/w% Merga1 K10N (50ppm BIT)	-	1.10	4	4	4	4	4	4	4	4	3
	0.10 w/w%	1.11	4	3	4	4	4	4	4	4	3
	0.20 w/w%	1.12	4	3	0	3	3	0	3	2	2
	0.30 w/w%	1.13	3	3	2	3	3	0	3	2	0
	0.40 w/w%	1.14	3	3	0	2	3	0	3	2	0
0.025 w/w% Troyshield FSP40 (100ppm NaPy)	-	1.15	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	0.10 w/w%	1.16	4	3	0	4	3	0	4	3	0
	0.20 w/w%	1.17	2	0	0	2	2	0	3	0	0
	0.30 w/w%	1.18	2	0	0	2	0	0	2	0	0
	0.40 w/w%	1.19	3	2	0	2	0	0	2	0	0
0.050 w/w% Troyshield FSP40 (200ppm NaPy)	-	1.20	4	4	3	4	4	4	4	4	4
	0.10 w/w%	1.21	4	3	2	4	4	2	4	4	2
	0.20 w/w%	1.22	3	2	0	3	2	0	3	1	0
	0.30 w/w%	1.23	3	2	0	3	1	0	3	0	0
	0.40 w/w%	1.24	2	0	0	2	0	0	2	0	0

[0156] 表8-溶液增强剂[“1737-72”:AMP95](1:1)与低水平的BIT和NaPy的结合在内部漆#1(Ref#U21-0108-2)中的细菌攻击测试结果。通过标准是每次细菌攻击后7天的评级为“0”。

[0157] 实施例5

[0158] 测量Jeffamine T403和T403组合物“1737-32”的多功能优势。

[0159] 基于Acronal Edge 4750树脂起始制剂,为本项目配制了Acronal Edge 4750无VOC半光建筑漆制剂。如下制备样品:

[0160] ●每次使用不同的实验添加剂负载制作制剂时,准备总共1100克的漆母料批样品。在研磨阶段的过程中进行计算和调整。

[0161] ●研磨阶段:使用高速分散器在2760RPM下混合各组分20分钟,以达到7-7.5Hegman的粒度作为参考。研磨中使用的“1737-72”和Jeffamine T-403用量为总制剂的0.20-0.40%,并在调漆中调整水含量。

[0162] ●调漆阶段:将制剂成分在1897RPM下混合15分钟。

[0163] ●在使漆过夜平衡后24小时对涂料性能进行评价,并监测8周。

[0164] ●□随后,将每个母料分装到4×1/2品脱酚醛环氧内衬罐中,并在热老化2、4、6和8周后进行评价。

[0165]

Acronal Edge 4750无VOC半光漆(0.20%) AMP-95			
原材料	%	批大小 *(1100g)*	原材料描述
DI水	5.68	62.49	载体
Merga1® 758	0.29	3.23	防腐剂
Troykyd® D209W	0.20	2.20	消泡剂
AMP-95 ™	0.20	2.16	pH调节剂
Tamo1™ 1124	0.49	5.39	分散剂
Polygloss ® 90	2.94	32.35	填料
Attage1® 50	0.20	2.16	增稠剂
研磨15-20分钟，降低速度，然后添加:			
DI水	11.33	124.64	载体
Troykyd® D209W	0.10	1.10	消泡剂
Troyso1™ ZLAC	0.39	4.31	润湿添加剂
Loxano1® CA 5120	1.96	21.56	聚结剂

[0166]

Ti-Pure™ R-746	27.44	301.90	TiO2分散体
Acrona1® Edge 4750	46.55	512.15	粘结剂
Rheovis® PE1331	1.63	17.89	流变改性剂
Polyphase® 678	0.59	6.47	防腐剂
总计	100	1100	

[0167] 表9:Acronal Edge 4750无VOC半光漆制剂(对照基础)

[0168] 由所述漆制备的样品如下。

[0169]

Troy 编码	样品类型
U21-0108-2	内部漆 1 号
U210533-01	*Acrona1® Edge 4750无VOC半光漆(0.20%) AMP-95(对照)*
U210533-02	0.20% 1737-72(T-403 混合物)
U210533-03	0.40% 1737-72(T-403 混合物)
U210533-04	0.20%纯净 Jeffamine T-403(Huntsman)
U210533-05	0.40%纯净 Jeffamine T-403(Huntsman)

[0170] 膜应用

[0171] 由水性样品制备膜,且使用3密耳Bird膜**施涂器**®将其施涂在密封的Leneta Penopac图表1B型上。将该图表用真空板固定,以确保均匀膜厚度。将膜在室温下干燥24小时。

[0172] 使用DataColor Check 3分光光度计型号LAV/USAA C31567对测试膜进行颜色测量,以获得基于感知的CIELAB颜色空间的CIE L*、a*、b*和YI-E313数据。记录YI-E313(黄度指数)以便确定样品颜色偏离理想白色的程度。

[0173] 光泽度和膜缺陷

[0174] 使用3密耳Bird膜施涂器将漆膜施涂在Leneta Penopac图表1B型上,并干燥1天,

在该图表的密封部分测量20°、60°和85°处的光泽度。使用Elcometer 408光泽度和DOI计测量干燥膜的光泽度。在3个参考点内测量光泽度并记录平均值。使用MEIJI EMZ-TR光学显微镜在10倍放大倍数下评价膜缺陷。

[0175] 对比度比或Ro/Rw比:在Leneta Penopac图表1A型的黑色区域上的漆膜的L*反射值(Ro)除以在同一图表和同一样品的白色密封区域上的L*反射值(Rw),如ASTMD2508反射法漆遮盖性标准测试方法中所述。

[0176] 使用DataColor Check 3分光光度计型号LAV/USAA C31567对测试膜进行颜色测量,以获得基于感知的CIELAB颜色空间的CIE L*、a*、b*和YI-E313数据。记录YI-E313(黄度指数)以便确定样品颜色偏离理想白色的程度。图4显示了在本研究中测试的实验室试验的8周内记录的颜色分析。含有“1737-72”和Jeffamine® T-403的涂料与对照物相比,L*值略有增加,对颜色的影响可以忽略不计,且由于增加量小于0.6个单位而没有明显的助分散剂性能。所有样品在初始评价中都表现出相似的变黄情况。随着样品老化,YI-313值增加,但不超过2.2%。因此,没有发现对干膜变黄有显著影响,因为对照(U210533-01)的变黄速度相似。0.20%“1737-72”(U210533-02)显示出最低的DE值,这被认为是与对照变化最小。总体而言,与对照相比,“1737-72”和Jeffamine® T-403的加入不会损害干膜性能。

[0177] 实施例6

[0178] 使用Thermos Scientific Orion Star® A111pH计评估pH测量结果,并使用Hanna Instruments HI2550 pH/ORP和TDS pH计重新确认。所有评价均重复进行以确保pH值的准确性。图5指出“1737-72”和Jeffamine® T-403作为pH增强剂和pH稳定剂的有效性。0.2%“1737-72”(U210533-02)和0.4%“1737-72”(U210533-03)分别提供了0.3和0.4个单位的最高pH提升,并在6周和8周的热老化间隔内最高提升了0.5个单位。虽然看似不多,但这种轻微的提升足以让制剂师注意并理解,添加该产品可导致必须略微减少常规pH调节剂负载,以使涂层pH符合规格。0.20%的Jeffamine T-403(U210533-04)和0.40%的Jeffamine T-403(U210533-05)也显示出积极的结果,但比率要低得多。对照样品(U210533-01)含有优化使用水平的AMP-95™作为传统pH调节剂。所有样品都显示出pH随时间的稳定性。碱性稳定性在配制时至关重要,因为载体稳定性、包装腐蚀、粘度分布和颜料分散稳定性等问题可会受到严重影响。

[0179] 实施例7

[0180] 研磨细度根据ASTM D1210,Hegman型仪表对颜料-载体体系分散细度的标准测试方法测量。使用Precision Gage and Tool Company的研磨仪表,以Hegman单位和微米为单位报告结果。

[0181] 图6显示了涂料的研磨细度、空气含量和不透明度。这些性能是在涂料生产的研磨阶段形成的。所有母料在初始读数7.2Hegman(10μ微米)时都呈现出相似的粒度分布。涂料的粒度随时间推移没有出现显著的增强或负面影响。描述不透明度的对比度比值与所有样品的结果平行,并在热老化时观察到可以忽略不计的变化。在空气释放或空气夹带特性方面没有显著的益处或不利影响。然而,样品0.20%的Jeffamine T-403(U210533-04)和0.40%的Jeffamine T-403(U210533-05)确实表现出空气夹带略高。没有观察到因夹带空气而导致的膜缺陷。

[0182] 实施例8

[0183] Krebs单位(KU)粘度测量使用Stormer粘度计根据ASTM D562漆稠度的标准测试方法进行。ICI粘度测量使用ICI锥/板粘度计型号106-110v-60HZ根据ASTM D4287高剪切粘度的标准测试方法在25℃的温度下进行。

[0184] 将涂层样品在Thermo Scientific Heratherm OMS180型号#41298000对流烘箱中在50℃下加热老化2、4、6和8周。将涂层样品从烘箱取出后平衡至室温,然后测量粘度。

[0185] 图7图表描述了8周内测试的所有样品的粘度曲线。初步评价显示出相似的粘度曲线。含有0.20%“1737-72”(U210533-02)和0.40%“1737-72”(U210533-03)的老化涂层的粘度曲线比对照样品分别高13和25个单位。0.20%的Jeffamine T-403(U210533-04)和0.40%的Jeffamine T-403(U210533-05)对粘度稳定性的影响大得多,两种负载在热暴露期间都使粘度增加了30个单位。

[0186] 实施例9

[0187] 用BASF Pure**Options**®低VOC通用着色剂以2.5wt%在煤黑、酞菁蓝和氧化铁红中对测试漆进行染色,来进行颜色接受度,这些着色剂代表了各种颜料化学成分、色谱和分散剂/表面活性剂包。图8A显示了煤黑结果。0.20%“1737-72”(U210533-02)和0.40%“1737-72”

[0188] (U210533-03)改善了颜色接受度性能,显示在进行摩擦时,DL*值的变化很小。Delta-E值遵循类似的趋势。摩擦测试中的低DL*和DE值强烈表明改进的颜色接受度。与对照相比,0.20%的Jeffamine T-403(U210533-4)和0.40%的Jeffamine T-403(U210533-05)也表现出良好的颜色接受度,但不如“1737-72”有效。与未染色的基础漆相比,观察到染色的基础漆的光泽度降低,这是正常的并可在参数范围内。当与对照相比时,含有Jeffamine T-403的染色的样品的光泽度读数(最多10个单位)低于含有“1737-72”的样品,这可能是某种类型的不兼容性的迹象。在图8B酞菁蓝和图8C颜料分散体中也观察到了类似的趋势。

[0189] 实施例10

[0190] 用7密耳Bird膜**施涂器**®将测试漆施涂到165×432mm氯乙烯/乙酸乙烯酯共聚物板和3个不同的板上。固化7天后,选择2个最佳板,并将每个板放置在直线可洗机Gardco Model#D10-WA-2151上,板下方有黄铜垫片(12.7×0.25mm)。将具有刷毛的尼龙刷放在刷架上,其中刷毛从刷板延伸19mm呈5/4图案,并记录涂层破裂的循环次数。测试测量根据ASTM D2486墙面漆耐擦拭性的标准测试方法进行。

[0191] 图9显示了耐擦拭性能,或墙面漆对擦拭引起的侵蚀的耐性,由传统的循环-失效概念确定。0.20%的“1737-72”(U210533-02)和0.40%的“1737-72”(U210533-03)与对照相比,耐擦拭性没有显著变化。虽然0.4%“1737-72”仅显示出非常轻微的下降,但较高剂量可能损害耐侵蚀性,如纯Jeffamine T-403数据所示。0.20%的Jeffamine T-403(U210533-04)和0.40%的Jeffamine T-403(U210533-05)显示耐侵蚀性较低,与对照相比分别相差538个循环和760个循环。尽管该测试的重复性可接受程度最高30%,但试验间原始数据一致,变化很小。

[0192] 实施例11

[0193] 用7密耳Bird膜施涂器®将测试漆施涂到165×432mm氯乙烯/乙酸乙烯酯共聚物板和3个不同的板上。固化7天后,选择最好的2个板,并按以下顺序将常见的家庭污渍施加到每个板上:(1)leneta污染介质ST-1、(2)葡萄汁、(3)芥末、(4)咖啡、(5)红色马克笔、(6)红酒、(7)紫色马克笔、(8)口红、(9)红茶和(10)番茄酱。让污渍在室温下干燥1小时。随后,将板放置在直线可洗机Gardco Model#D10-WA-2151上,其中将海绵放在刷架上;在膜上施加液体清洁剂并清洗最多100循环。测试测量根据ASTM D4828有机涂层的实际可洗性的标准测试方法进行。

[0194] 图10和11在机械清洗测试仪以最多100循环评价各板,以检查常见家庭污渍的去除相对容易程度。对测试膜的颜色或侵蚀进行视觉评价。结果显示,与对照(U210533-01)相比,含有“1737-72”和Jeffamine® T-403的漆膜上的各污渍在耐污性方面呈现出大致平行的影响。Leneta污染介质ST1、咖啡和红酒污渍从剂量漆中去除略有困难,需要额外的循环才能完全去除。

[0195] 图12将图10和11中的视觉观察结果与每种污渍的颜色分析关联起来。结果表明,大体上,耐污性没有明显变化。与对照的性能相比,一些污渍的L*、DL*和DE变化略高或略低,但没有观察到明显的优点或缺点。使用“1737-72”注意的一些轻微增强是紫色马克笔和茶渍。使用T-403注意的轻微增强是葡萄汁、红色马克笔和红酒。

[0196] 实施例12

[0197] 使用ASTM D4587-11(2019)油漆和相关涂料的荧光UV-冷凝曝光的标准实践,对五种涂料进行了总共500小时的测试,并在初始和最终间隔进行颜色测量。如下编程QUV柜:

[0198]

QUV编程				
步骤	功能	温度(℃)	时间(小时)	光强度(340nm下 W/m²)
1	UV	60	8	0.88
2	冷凝	50	4	0

[0199] 使用3密耳Bird膜施涂器®将所有膜施涂在密封的Leneta Penopac图表WB型上。将该图表用真空板固定,以确保均匀膜厚度。将膜在室温下干燥24小时并然后测试。

[0200] 图13显示了暴露于QUV加速风化室中500小时的样品的颜色分析,循环UV:60℃下8小时,冷凝:50℃下4小时。对照(U210533-01)在风化暴露后没有显示出影响干膜性能的变化。0.20%“1737-72”(U210533-02)和0.40%“1737-72”(U210533-03)在两次试验之间显示出最小的L*值变化和0.51-0.92单位的低DE值。另外,黄度指数结果显示对干膜变黄没有明显影响,因为对照(U210533-01)的变黄速度相似。然而,0.20%的Jeffamine T-403(U210533-04)和0.40%的Jeffamine T-403(U210533-05)的L*值下降幅度更大(图4),因为风化暴露导致颜色变差。通过采用更高使用水平的Jeffamine T-403,涂层性能下降,L*值下降。值得注意的是,黄度指数显示稍微较高的值。总体而言,0.20%“1737-72”(U210533-02)和0.40%“1737-72”(U210533-03)比含有Jeffamine T-403的样品更具有耐侯性。

[0201] 实施例13

[0202] 图14显示了测试涂层在8周热老化期间的罐内稳定性评级。根据ASTM D869,评价漆沉降程度的标准试验方法对样品的分离和沉降进行了评价。样品的沉降程度按0到10的等级进行评级,其中0为完全分离/硬沉降,10为没有分离或沉降。

[0203] 样本条件的评级描述

[0204]

评级	描述
10	完美悬浮液。漆的原始状态没有变化。
8	有明显的沉降感，且刮刀上出现少量沉积物。刮刀横向移动时无明显阻力。
6	沉降的颜料明确的饼状物。刮刀在自身重量的作用下穿过饼状物落到容器底部。刮刀横向运动时明确的阻力。
4	刮刀在自身重量的作用下没有落到容器底部。刮刀难以从侧面穿过饼状物，轻微的阻力。样品可轻松重新混合至均匀状态。
2	当刮刀被强行穿过沉降层时，很难将刮刀侧向移动。刮刀移动时明确的边缘阻力。样品可重新混合至均匀状态。

[0205] 将测试漆在50℃的加速老化条件下储存总共8周。实验室试验观察了每次储存间隔后脱水收缩的迹象。根据ASTM D1849和Spektrochem评级对测试样品评级脱水收缩分类。

[0206] 脱水收缩的等级分类

[0207]

评级	描述
5	罐中不存在脱水收缩。
4	当罐立着时水层是不可见的。倾斜之后,最少的水膜集中在罐的边缘。
3	当罐立着时水层是几乎不可见。当倾斜时,在罐的边缘形成清楚可见的水膜。
2	在没有倾斜罐的情况下水层是清楚可见的;然而,它的厚度不是非常显著。
1	罐上非常厚的水层。

[0208] 在各样品中未发现沉降;然而,在含有“1737-72”和Jeffamine T-403的样品中,在两种使用水平下均存在脱水收缩的迹象。脱水收缩是指容器中在涂料表面上释放少量液体,并根据两种测试方法进行评价以提供精确的行为证据。此外,确定了涂层中脱水收缩出现的确切时间。在加速老化期间的2周标记处观察到脱水收缩的迹象。即使表面存在脱水收缩,也没有观察到颜料沉降,且一旦用抹刀混合涂料,则很容易实现均匀性。脱水收缩不会对膜性能造成不利影响,也没有观察到膜缺陷。

[0209] 总体而言,将“1737-72”和Jeffamine®T-403在生产研磨阶段以重量计0.2%和0.4%加入到无VOC丙烯酸半光泽建筑漆制剂中。在制备过程的所有阶段以及干膜和稳定性性能中评价了对涂层性能和稳定性的影响。数据通常显示,虽然0.2-0.4w/w%的Jeffamine®T-403可对漆性能产生积极和消极影响,但共混的多功能增强剂产品“1737-72”显著且令人惊讶地将Jeffamine®T-403对漆性能的大部分观察的负面影响最小化,即使在同等活性聚醚胺含量时,同时还改进其作为容器内增强剂的能力。

[0210] 在不偏离本发明的精神和范围的情况下,本领域普通技术人员可以实践对本发明的这些和其它修改和改变,在所附权利要求书中更具体地阐述本发明的精神和范围。另外,应理解可以整体或部分地互换各种实施方案的方面。此外,本领域普通技术人员将领会前述描述仅是示例性的,而不意在限制在这样的所附权利要求书中进一步描述的发明。

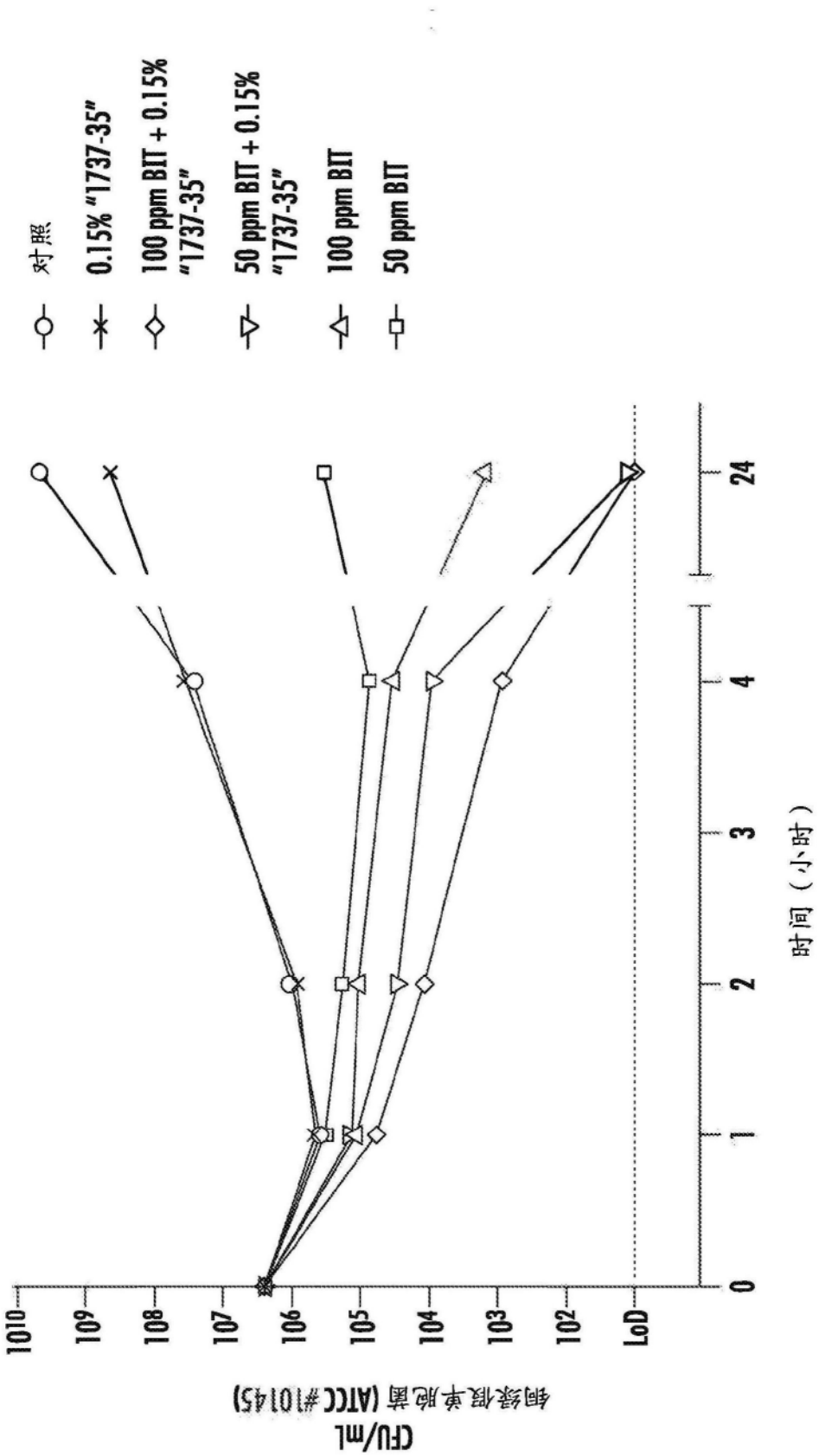

对照
0.15% "1737-35"
100 ppm BIT + 0.15% "1737-35"
50 ppm BIT + 0.15% "1737-35"
100 ppm BIT
50 ppm BIT
CFU/mL
铜绿假单胞菌 (ATCC #10145)
10^{10}
10^{9}
10^{8}
10^{7}
10^{6}
10^{5}
10^{4}
10^{3}
10^{2}
LoD
0
1
2
3
4
24
时间（小时）

图1

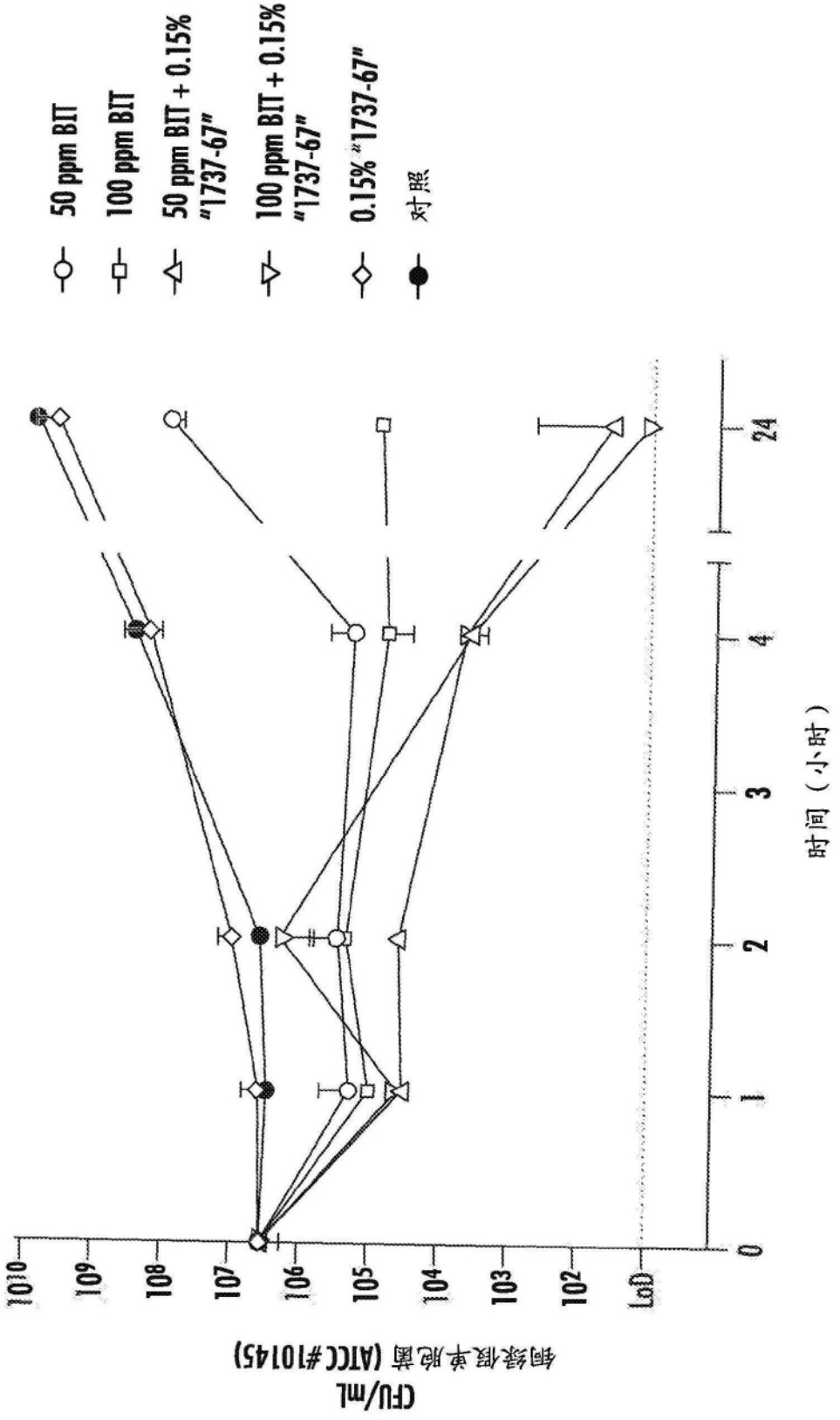

50 ppm BIT
100 ppm BIT
50 ppm BIT + 0.15% "1737-67"
100 ppm BIT + 0.15% "1737-67"
0.15% "1737-67"
对照
CFU/mL
铜绿假单胞菌 (ATCC #10145)
时间（小时）
LoD

图2

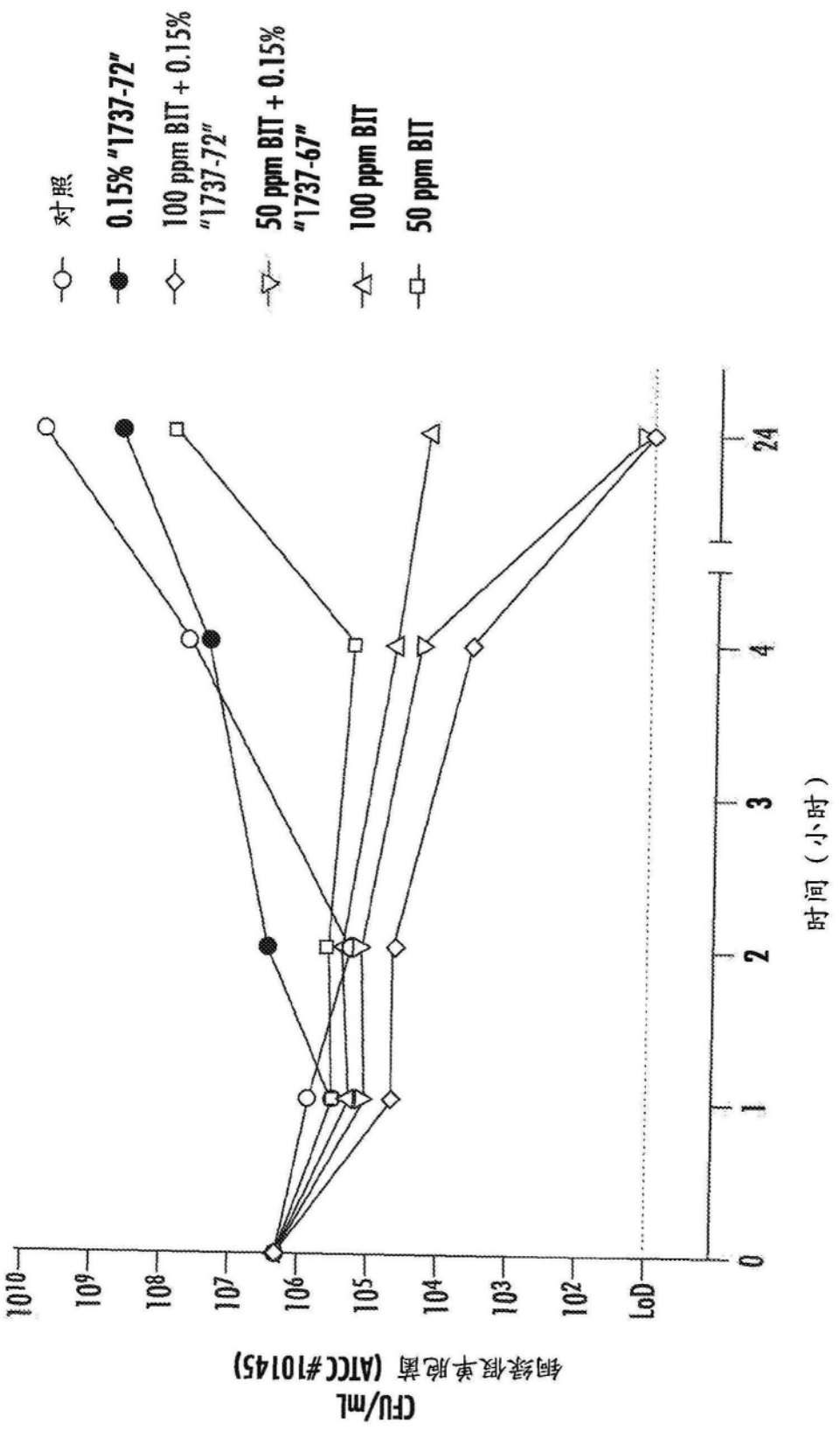

对照
0.15% "1737-72"
100 ppm BIT + 0.15% "1737-72"
50 ppm BIT + 0.15% "1737-67"
100 ppm BIT
50 ppm BIT
CFU/mL
铜绿假单胞菌 (ATCC #10145)
10^{10}
10^{9}
10^{8}
10^{7}
10^{6}
10^{5}
10^{4}
10^{3}
10^{2}
LoD
0
1
2
3
4
24
时间（小时）

图3

涂料的颜色分析															
时间	初始			2 周			4 周			6 周			8 周		
样品	L*	DE	YI E313	L*	DE	YI E313	L*	DE	YI E313	L*	DE	YI E313	L*	DE	YI E313
对照	96.67	*	1.7	96.64	*	1.76	96.60	*	1.94	96.13	*	1.89	96.12	*	1.86
0.20% "1737-72"	96.71	0.11	1.83	96.69	0.05	1.73	96.63	0.07	1.97	96.64	0.51	1.92	96.26	0.21	2.13
0.40% "1737-72"	96.82	0.21	1.92	96.87	0.24	1.84	96.68	0.10	1.97	96.69	0.56	1.76	96.28	0.17	2.00
0.20% Jeffamine T-403	96.80	0.17	1.85	96.69	0.08	1.83	96.85	0.28	2.11	96.73	0.60	1.90	96.45	0.37	2.16
0.40% Jeffamine T-403	96.90	0.25	1.69	96.95	0.34	1.97	96.85	0.26	1.93	96.83	0.70	1.92	96.58	0.48	2.09

图4

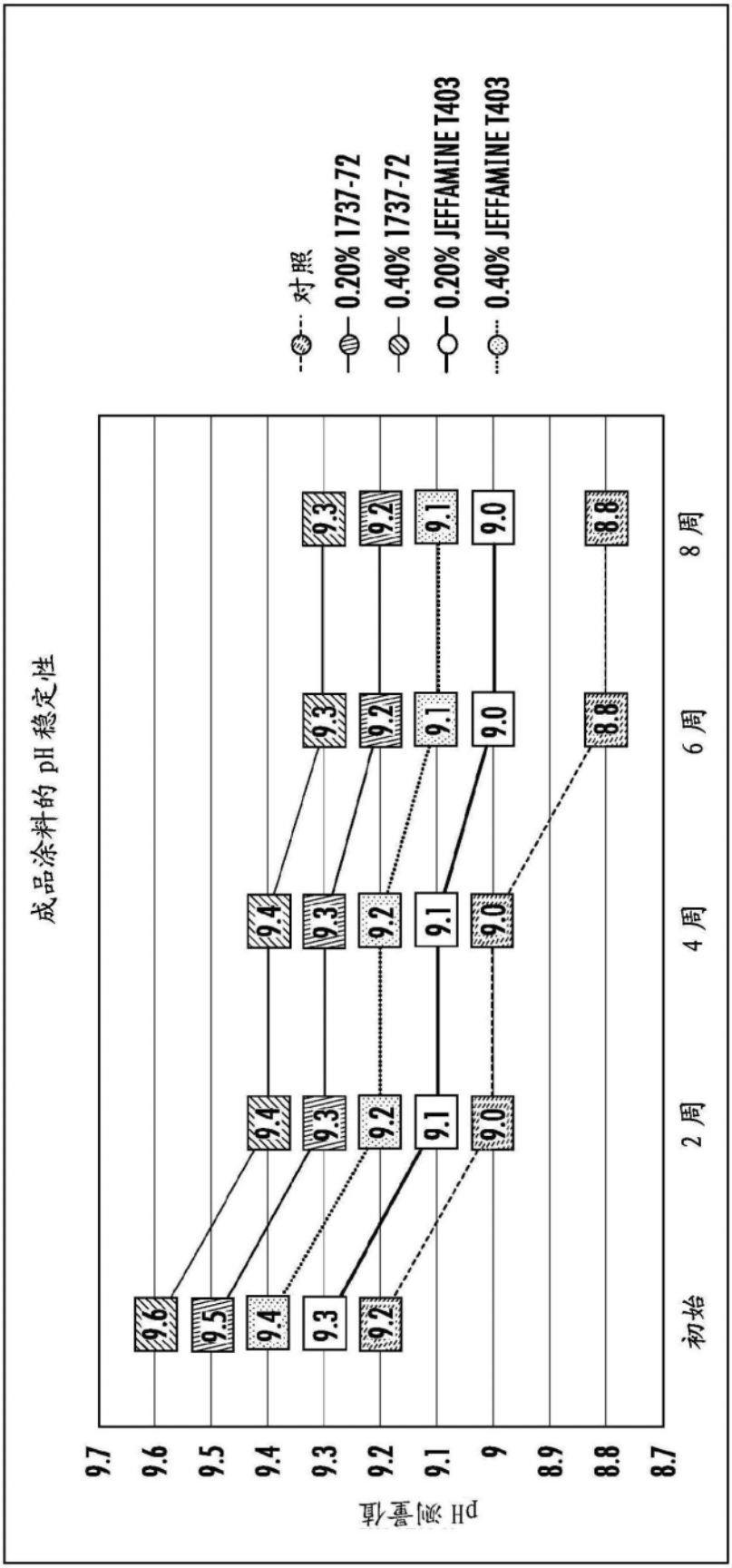

成品涂料的 pH 稳定性
对照
0.20% 1737-72
0.40% 1737-72
0.20% JEFFAMINE T403
0.40% JEFFAMINE T403
pH 测量值
9.7
9.6
9.5
9.4
9.3
9.2
9.1
9
8.9
8.8
8.7
初始
2 周
4 周
6 周
8 周
9.6
9.5
9.4
9.3
9.2
9.4
9.3
9.2
9.1
9.0
9.4
9.3
9.2
9.1
9.0
9.3
9.2
9.1
9.0
9.3
9.2
9.1
9.0
8.8
8.8

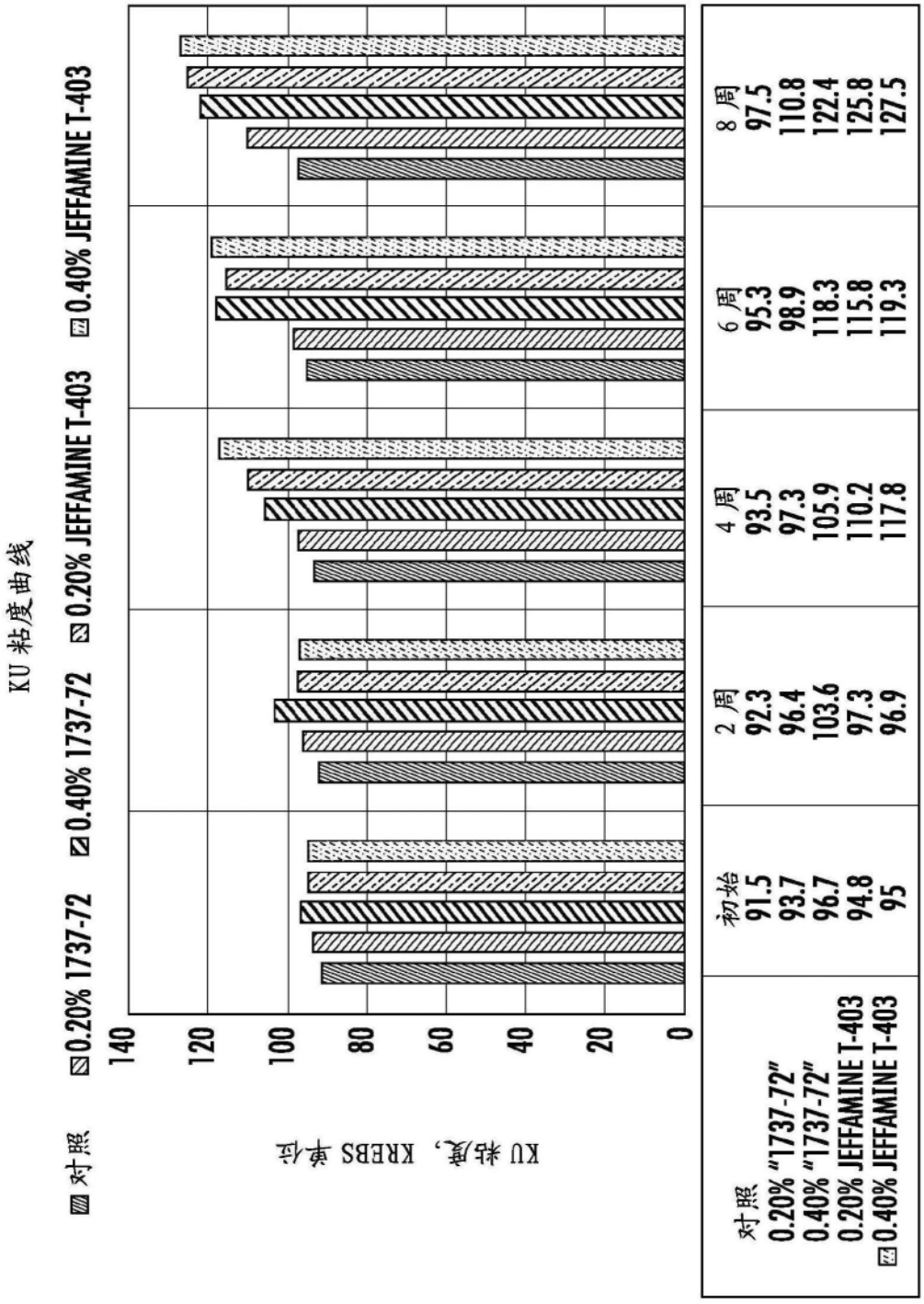
图5

研磨细度、涂层的空气含量和不透明度

时间	初始			2 周			4 周		
评价	研磨细度	空气夹带%	不透明度	研磨细度	空气夹带%	不透明度	研磨细度	空气夹带%	不透明度
对照	7.2	1.15	0.99	7.2	0.58	1.00	7.3	0.96	0.99
0.20% "1737-72"	7.2	1.15	0.99	7.2	1.62	0.99	7.2	2.47	0.99
0.40% "1737-72"	7.2	1.73	0.99	7.2	0.67	0.99	7.2	1.05	0.99
0.20% Jeffamine T-403	7.2	3.05	0.99	7.2	2.85	0.99	7.2	0.57	0.99
0.40% Jeffamine T-403	7.2	2.02	1.00	7.2	2.30	0.98	7.2	2.84	0.99

时间	6 周			8 周		
评价	研磨细度	空气夹带%	不透明度	研磨细度	空气夹带%	不透明度
对照	7.3	2.01	0.99	7.3	1.62	0.99
0.20% "1737-72"	7.3	2.56	0.99	7.3	1.14	0.99
0.40% "1737-72"	7.2	1.99	0.99	7.2	2.46	0.99
0.20% Jeffamine T-403	7.2	1.04	0.99	7.2	3.20	0.99
0.40% Jeffamine T-403	7.2	3.49	0.99	7.2	1.50	0.98

图6



	初始	2 周	4 周	6 周	8 周
对照	91.5	92.3	93.5	95.3	97.5
0.20% "1737-72"	93.7	96.4	97.3	98.9	110.8
0.40% "1737-72"	96.7	103.6	105.9	118.3	122.4
0.20% JEFFAMINE T-403	94.8	97.3	110.2	115.8	125.8
0.40% JEFFAMINE T-403	95	96.9	117.8	119.3	127.5

图7

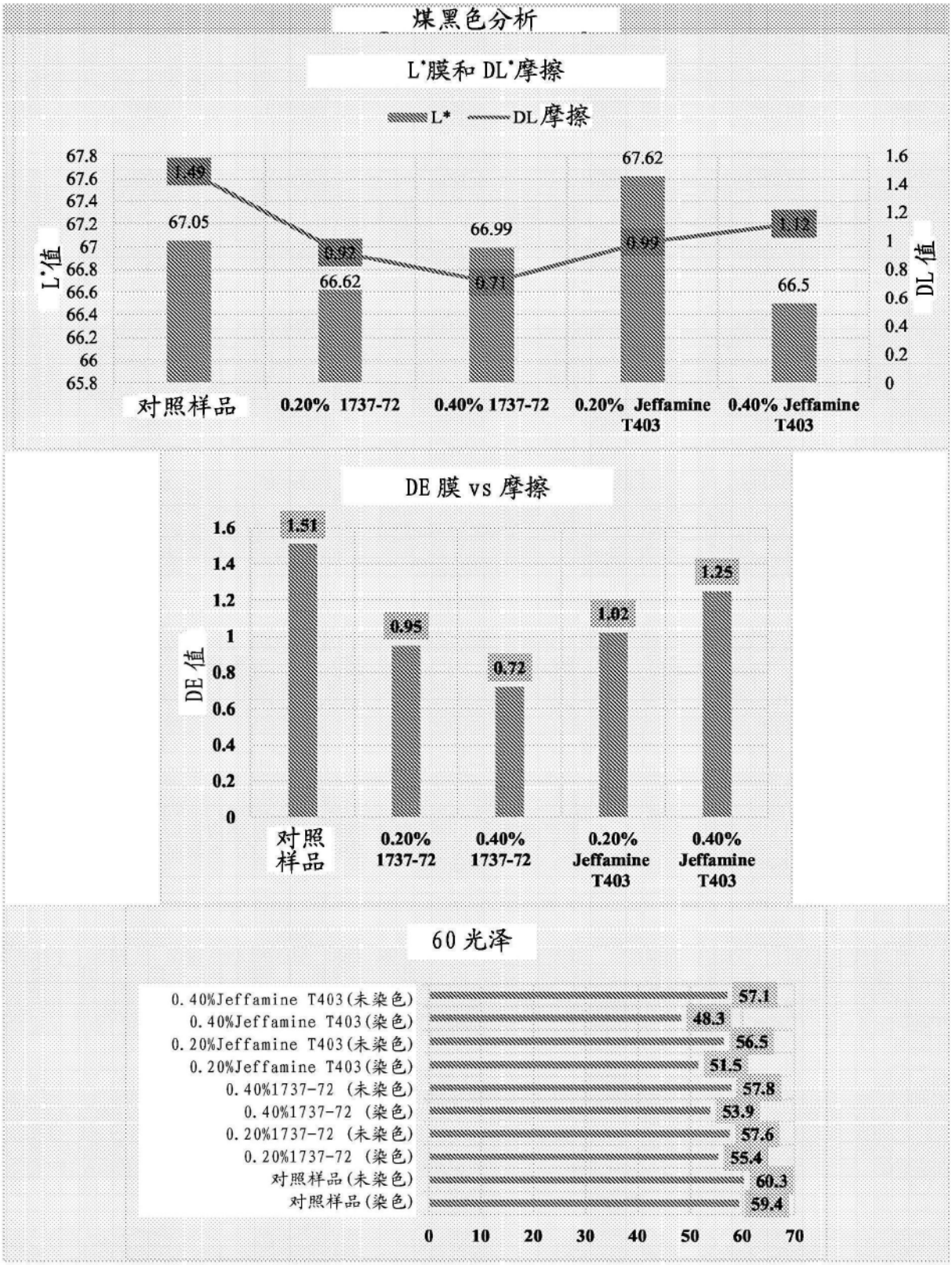

煤黑色分析
L*膜和 DL*摩擦
L*
DL摩擦
L*值
DL值
67.8
67.6
67.4
67.2
67
66.8
66.6
66.4
66.2
66
65.8
1.6
1.4
1.2
1
0.8
0.6
0.4
0.2
0
1.49
67.05
0.92
66.62
0.71
66.99
67.62
0.99
1.12
66.5
对照样品
0.20% 1737-72
0.40% 1737-72
0.20% Jeffamine T403
0.40% Jeffamine T403
DE 膜 vs 摩擦
DE 值
1.51
0.95
0.72
1.02
1.25
对照样品
0.20% 1737-72
0.40% 1737-72
0.20% Jeffamine T403
0.40% Jeffamine T403
60 光泽
0.40%Jeffamine T403(未染色)
0.40%Jeffamine T403(染色)
0.20%Jeffamine T403(未染色)
0.20%Jeffamine T403(染色)
0.40%1737-72 (未染色)
0.40%1737-72 (染色)
0.20%1737-72 (未染色)
0.20%1737-72 (染色)
对照样品(未染色)
对照样品(染色)
57.1
48.3
56.5
51.5
57.8
53.9
57.6
55.4
60.3
59.4
0
10
20
30
40
50
60
70

图8A

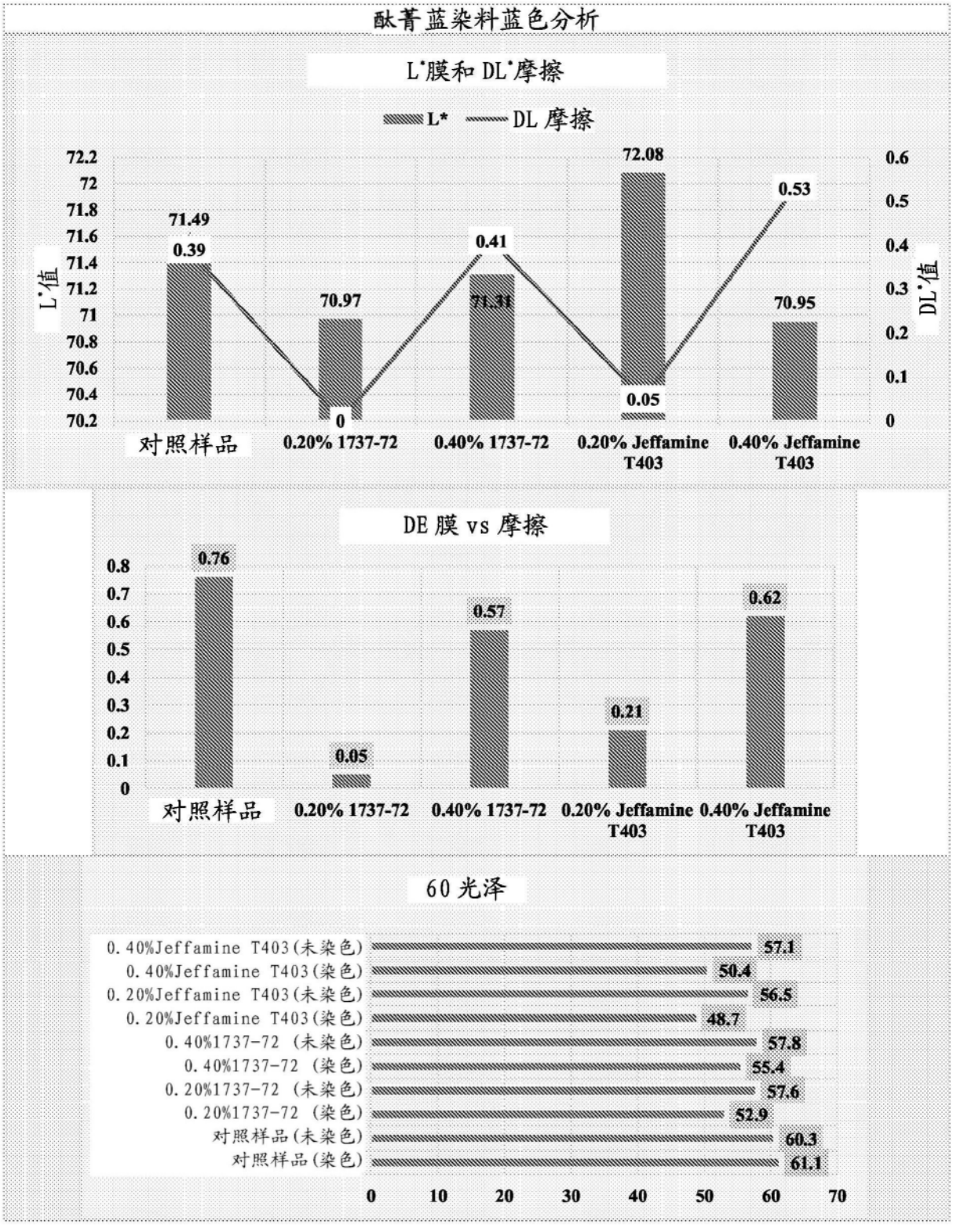

酞菁蓝染料蓝色分析
L*膜和 DL*摩擦
L* DL 摩擦
L*值
DL*值
72.2
72
71.8
71.6
71.4
71.2
71
70.8
70.6
70.4
70.2
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0
71.49
0.39
70.97
0
71.31
0.41
72.08
0.05
70.95
0.53
对照样品
0.20% 1737-72
0.40% 1737-72
0.20% Jeffamine T403
0.40% Jeffamine T403
DE 膜 vs 摩擦
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0
0.76
0.05
0.57
0.21
0.62
对照样品
0.20% 1737-72
0.40% 1737-72
0.20% Jeffamine T403
0.40% Jeffamine T403
60 光泽
0.40%Jeffamine T403(未染色) 57.1
0.40%Jeffamine T403(染色) 50.4
0.20%Jeffamine T403(未染色) 56.5
0.20%Jeffamine T403(染色) 48.7
0.40%1737-72 (未染色) 57.8
0.40%1737-72 (染色) 55.4
0.20%1737-72 (未染色) 57.6
0.20%1737-72 (染色) 52.9
对照样品(未染色) 60.3
对照样品(染色) 61.1
0 10 20 30 40 50 60 70

图8B

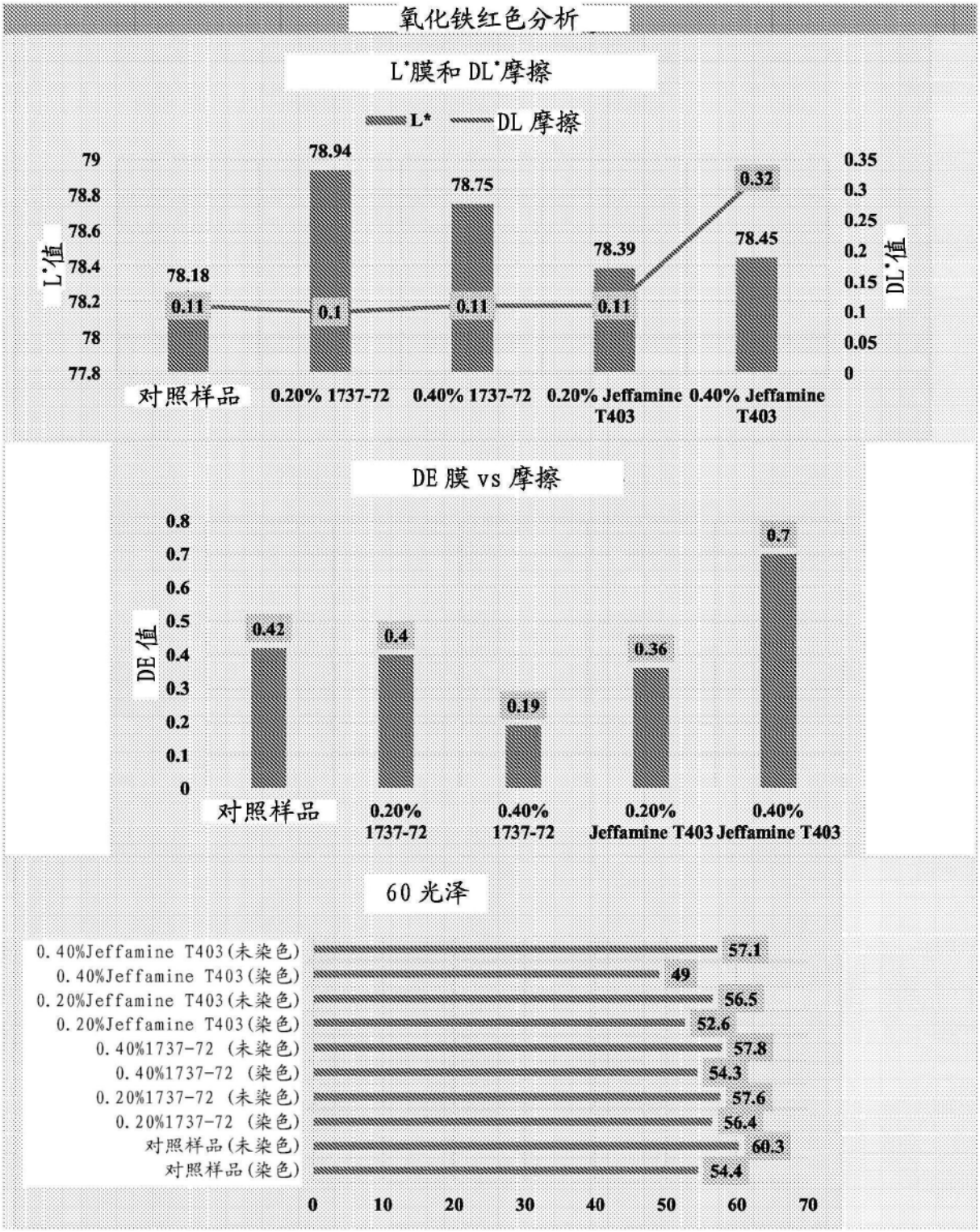

氧化铁红色分析
L*膜和 DL*摩擦
L*
DL 摩擦
L*值
DL*值
79
78.8
78.6
78.4
78.2
78
77.8
0.35
0.3
0.25
0.2
0.15
0.1
0.05
0
78.18
0.11
78.94
0.1
78.75
0.11
78.39
0.11
0.32
78.45
对照样品
0.20% 1737-72
0.40% 1737-72
0.20% Jeffamine T403
0.40% Jeffamine T403
DE 膜 vs 摩擦
DE 值
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1
0
0.42
0.4
0.19
0.36
0.7
对照样品
0.20% 1737-72
0.40% 1737-72
0.20% Jeffamine T403
0.40% Jeffamine T403
60 光泽
0.40%Jeffamine T403(未染色) 57.1
0.40%Jeffamine T403(染色) 49
0.20%Jeffamine T403(未染色) 56.5
0.20%Jeffamine T403(染色) 52.6
0.40%1737-72 (未染色) 57.8
0.40%1737-72 (染色) 54.3
0.20%1737-72 (未染色) 57.6
0.20%1737-72 (染色) 56.4
对照样品(未染色) 60.3
对照样品(染色) 54.4
0 10 20 30 40 50 60 70

图8C

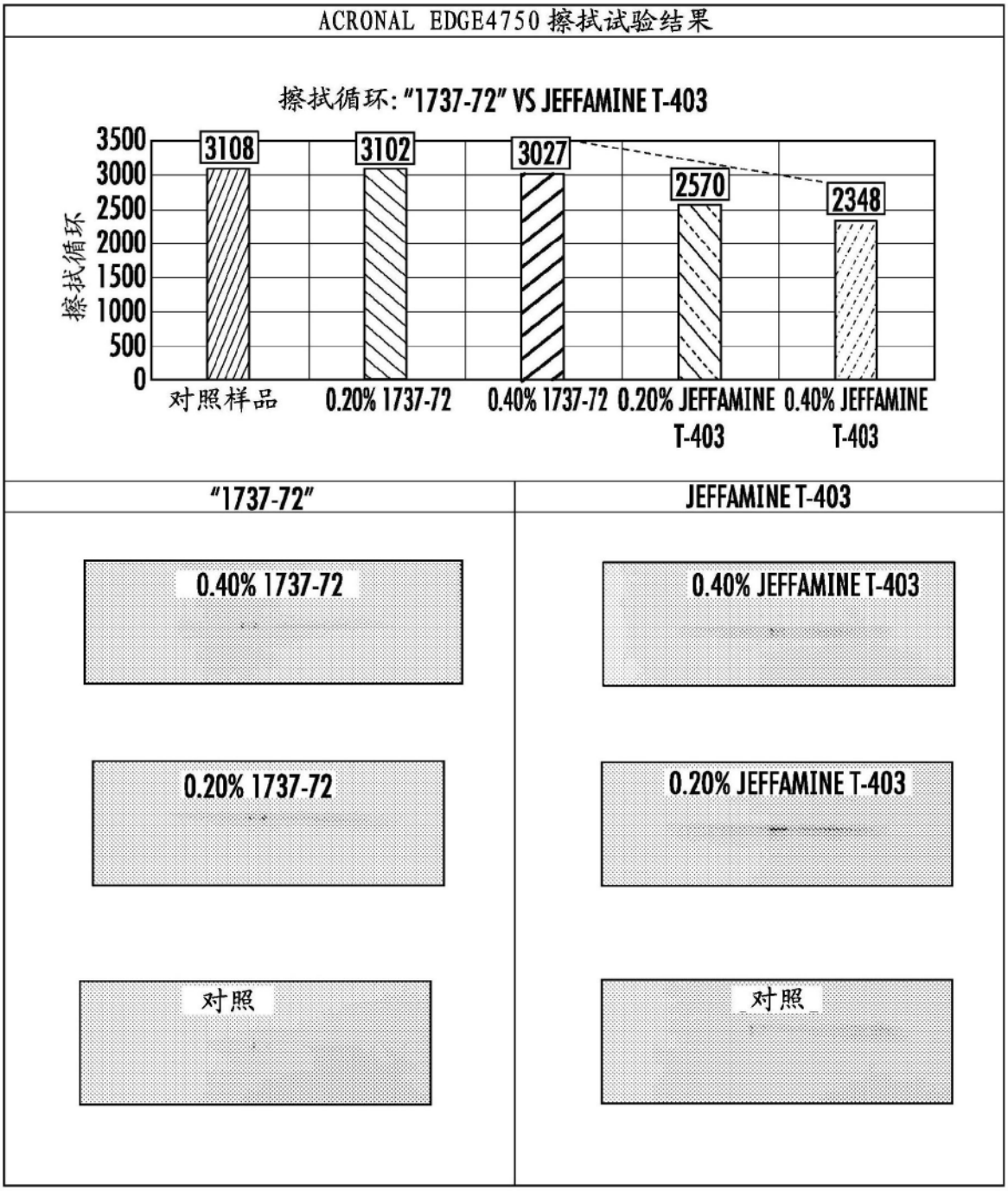

ACRONAL EDGE4750 擦拭试验结果
擦拭循环: "1737-72" VS JEFFAMINE T-403
擦拭循环
3500
3000
2500
2000
1500
1000
500
0
3108
3102
3027
2570
2348
对照样品
0.20% 1737-72
0.40% 1737-72
0.20% JEFFAMINE T-403
0.40% JEFFAMINE T-403
"1737-72"
JEFFAMINE T-403
0.40% 1737-72
0.20% 1737-72
对照
0.40% JEFFAMINE T-403
0.20% JEFFAMINE T-403
对照

图9

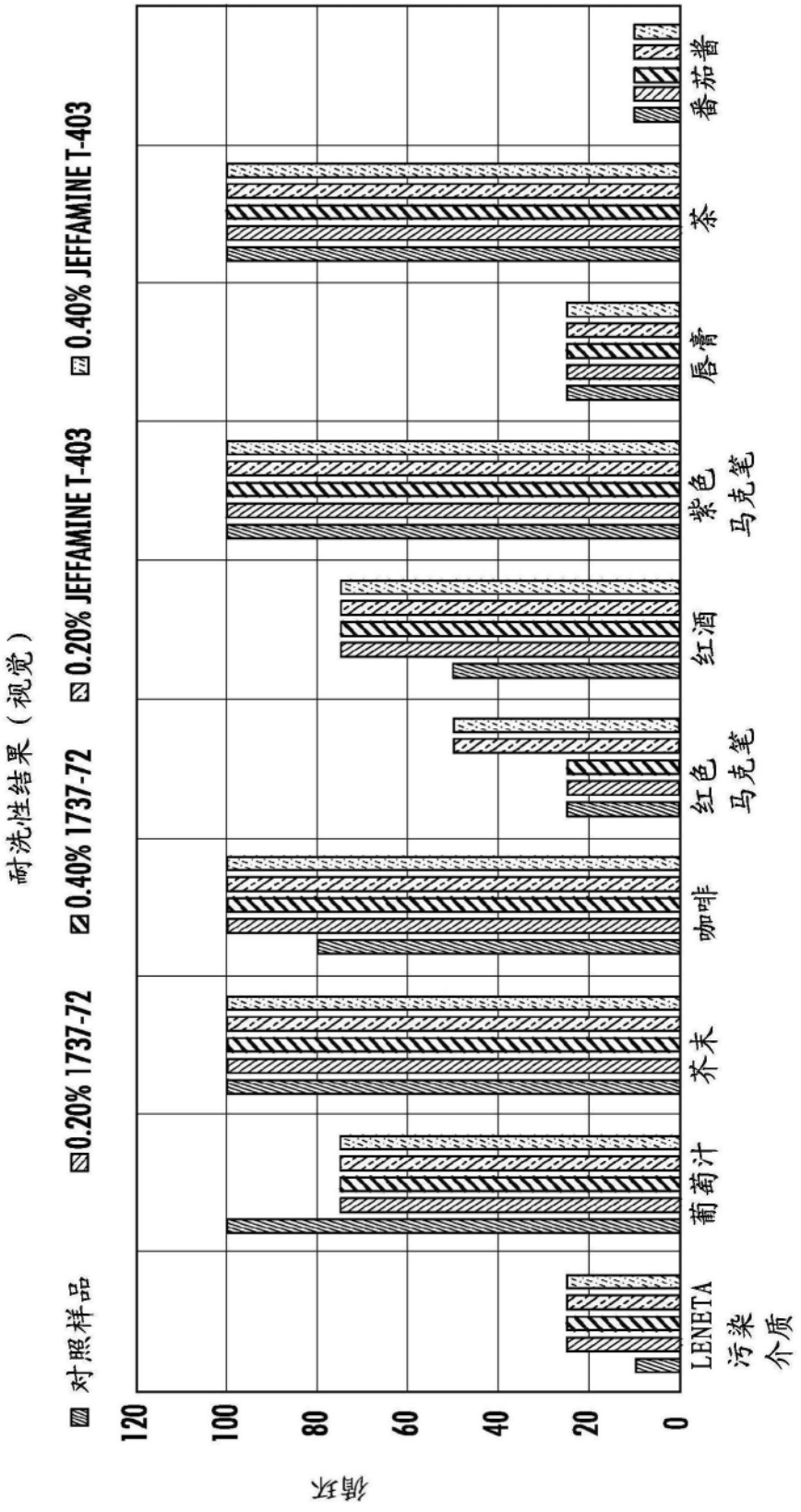

耐洗性结果（视觉）
对照样品
0.20% 1737-72
0.40% 1737-72
0.20% JEFFAMINE T-403
0.40% JEFFAMINE T-403
褪坏
120
100
80
60
40
20
0
LENETA
污染
介质
葡萄汁
芥末
咖啡
红色
马克笔
红酒
紫色
马克笔
唇膏
茶
番茄酱

图10

洗刷性试验结果					
建筑涂料 *Acronal® Edge 4750* 制剂	循环（100）				
	对照样品	0.20% 1737-72	0.40% 1737-72	0.20% Jeffamine T-403	0.40% Jeffamine T-403
ST-1 LENETA 污染介质	10	25	25	25	25
葡萄汁	100	75	75	75	75
芥末	100	100	100	100	100
咖啡	80	100	100	100	100
红色马克笔	25	25	25	50	50
红酒	50	75	75	75	75
紫色马克笔	100	100	100	100	100
唇膏	25	25	25	25	25
茶	100	100	100	100	100
番茄酱	10	10	10	10	10

图11

耐污染试验中的比色计读数								
1737-72 使用水平								
ACRONAL EDGE 4750	L*	De*	ACRONAL EDGE 4750	L*	De*	ACRONAL EDGE 4750	L*	De*
对照	95.52	*	0.20% 1737-72	95.51	*	0.40% 1737-72	95.54	*
LENETA 污染	95.82	0.31	LENETA 污染	96.22	0.37	LENETA 污染	95.99	0.11
葡萄汁	94.40	2.94	葡萄汁	95.04	2.62	葡萄汁	94.72	2.40
芥末	95.60	3.80	芥末	95.40	5.24	芥末	95.58	3.71
咖啡	92.99	7.76	咖啡	93.10	8.13	咖啡	93.51	7.20
红色马克笔	95.58	0.47	红色马克笔	95.75	0.34	红色马克笔	95.81	0.41
红酒	94.69	5.91	红酒	94.58	6.78	红酒	94.51	5.06
紫色马克笔	94.66	4.20	紫色马克笔	95.05	3.02	紫色马克笔	95.67	2.14
唇膏	95.45	0.22	唇膏	95.57	0.35	唇膏	95.91	0.29
黑茶	93.48	5.09	黑茶	94.29	4.01	黑茶	94.54	3.82
番茄酱	95.68	0.55	番茄酱	95.54	0.61	番茄酱	96.06	0.19
ACRONAL EDGE 4750	L*	De*	ACRONAL EDGE 4750	L*	De*	ACRONAL EDGE 4750	L*	De*
对照 样品	95.52	*	0.20% JEFFAMINE T-403	94.79	*	0.40% JEFFAMINE T-403	93.99	*
LENETA 污染	95.82	0.31	LENETA 污染	95.33	0.54	LENETA 污染	94.88	0.90
葡萄汁	94.40	2.94	葡萄汁	93.20	3.10	葡萄汁	94.01	1.12
芥末	95.60	3.80	芥末	95.07	4.23	芥末	95.02	2.96
咖啡	92.99	7.76	咖啡	92.84	7.83	咖啡	92.75	7.29
红色马克笔	95.58	0.47	红色马克笔	95.15	1.05	红色马克笔	94.01	2.14
红酒	94.69	5.91	红酒	93.55	4.38	红酒	93.26	3.15
紫色马克笔	94.66	4.20	紫色马克笔	94.34	3.16	紫色马克笔	94.41	4.16
唇膏	95.45	0.22	唇膏	94.66	0.82	唇膏	94.54	1.64
黑茶	93.48	5.09	黑茶	93.12	5.05	黑茶	92.67	4.99
番茄酱	95.68	0.55	番茄酱	94.85	1.33	番茄酱	95.14	1.23

图12

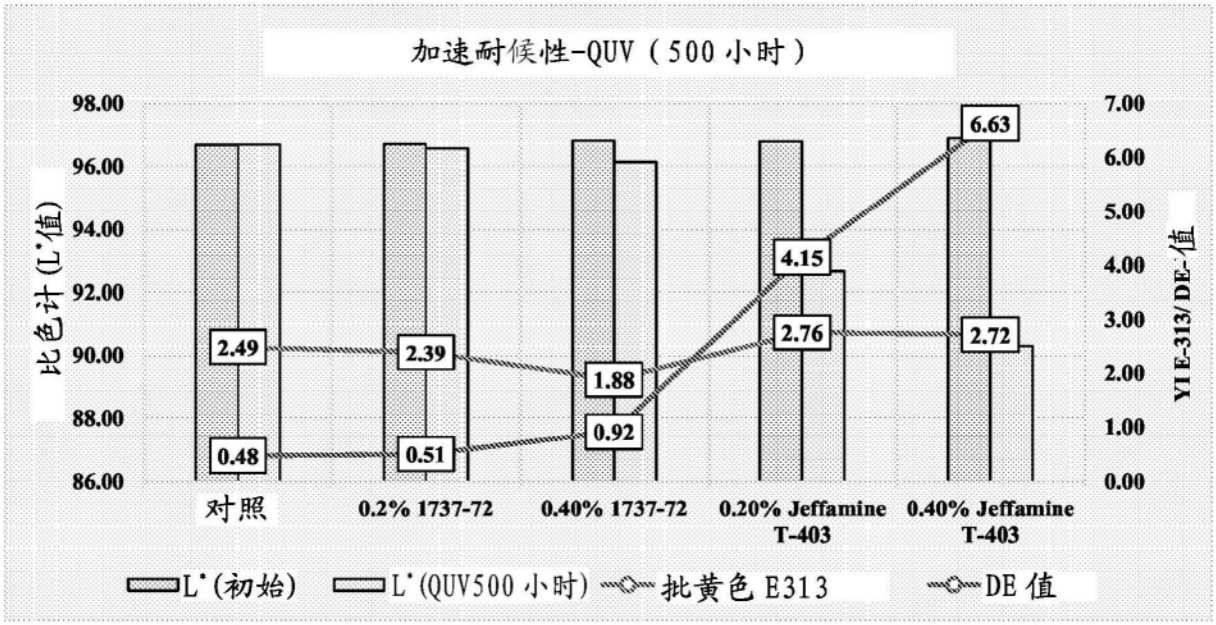


图13

实验室实验罐内稳定性（8 周）

时间	初始			2 周			4 周		
评价	沉降/脱水	分离 (cm)	等级	沉降/脱水	分离 (cm)	等级	沉降/脱水	分离 (cm)	等级
对照	10	0	5	10	0	5	10	0	5
0.20% 1737-72	10	0	5	9	0.2	4	9	0.2	4
0.40% 1737-72	10	0	5	9	0.2	4	9	0.2	4
0.20% Jeffamine T-403	10	0	5	9	0.3	3	9	0.3	3
0.40% Jeffamine T-403	10	0	5	9	0.3	3	9	0.3	3

时间	6 周			8 周		
评价	沉降/脱水	分离 (cm)	等级	沉降/脱水	分离 (cm)	等级
对照	10	0	5	10	0	5
0.20% 1737-72	9	0.3	3	9	0.3	3
0.40% 1737-72	9	0.3	3	9	0.3	3
0.20% Jeffamine T-403	9	0.4	3	9	0.4	3
0.40% Jeffamine T-403	9	0.4	3	9	0.4	3

图14