



(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)



1-0026930

(51)<sup>2016.01</sup> C08G 75/04; C09J 181/00; C08L 9/00; (13) B  
C08K 5/55; C08L 81/02

(21) 1-2013-00662

(22) 27/04/2012

(86) PCT/JP2012/061386 27/04/2012

(87) WO/2013/005471 10/01/2013

(30) 2011-150872 07/07/2011 JP

(45) 25/01/2021 394

(43) 26/05/2014 314A

(73) Namics Corporation (JP)

3993, Nigorikawa, Kita-ku, Niigata-shi, Niigata 950-3131 Japan

(72) Kazuki IWAYA (JP).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) HỢP PHẦN NHỰA, CHẤT KẾT DÍNH VÀ CHẤT BỊT KÍN CHỨA HỢP PHẦN NHỰA NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến hợp phần nhựa hóa rắn được bằng quang học hoặc bằng nhiệt, có thời gian bảo quản đủ dài. Hợp phần nhựa theo sáng chế chứa nhựa acrylic (A), hợp chất thiol (B), tác nhân hóa rắn ản (C), chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D), và chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E). Ngoài ra, hợp phần nhựa theo sáng chế tốt hơn nếu chứa chất khơi mào polyme hóa gốc (F). Ngoài ra, hợp phần nhựa theo sáng chế tốt hơn nếu chứa hợp chất có hai hoặc nhiều hơn hai liên kết đôi khác với nhựa acrylic (G).

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến hợp phần nhựa hóa rắn được bằng quang học hoặc bằng nhiệt. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến hợp phần nhựa hóa rắn được bằng quang học hoặc bằng nhiệt được cố định sơ bộ bằng cách chiếu xạ ánh sáng, và hóa rắn được hoàn toàn bằng cách gia nhiệt.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Chất kết dính được cố định sơ bộ bằng cách chiếu xạ tia cực tím (UV) và được hóa rắn hoàn toàn bằng cách gia nhiệt đã được sử dụng trong nhiều lĩnh vực (ví dụ, xem các tài liệu sáng chế 1 và 2). Cụ thể, như chất kết dính thường được sử dụng trong các ứng dụng của các mô đun cảm biến hình ảnh. Do bộ cảm biến hình ảnh là nhạy cảm với nhiệt độ cao nên đặc điểm hóa rắn ở nhiệt độ thấp là cần thiết cho chất kết dính. Mặt khác, từ góc độ giá thành sản xuất, đặc điểm hóa rắn trong thời gian ngắn cũng được yêu cầu đối với chất kết dính. Các ví dụ về chất kết dính hóa rắn nhanh ở nhiệt độ thấp bao gồm chất kết dính gốc thiol (ví dụ, xem các tài liệu sáng chế 3 và 4). Tuy nhiên, khó để tạo ra đặc điểm hóa rắn bằng UV cho chất kết dính gốc thiol. Điều này là do phản ứng của nhựa acrylic có khả năng hóa rắn bằng UV với nhựa thiol diễn ra nhanh hơn phản ứng của nhựa khác với nhựa acrylic (ví dụ, nhựa epoxy) với nhựa thiol. Do đó, thời gian bảo quản của chất kết dính bị suy giảm tới mức không thể sử dụng được trong thực tế.

Các tài liệu trong tình trạng kỹ thuật

Các tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản (Kokai) số 2009-51954

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn quốc tế WO 2005/052021

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản (Kokai) số Hei 6-211969

Tài liệu sáng chế 4: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản (Kokai) số Hei 6-211970.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Vấn đề kỹ thuật cần được giải quyết

Sáng chế được tạo ra từ tình trạng kỹ thuật nêu trên, và mục đích của sáng chế là đề xuất hợp phần nhựa hóa rắn được bằng quang học hoặc bằng nhiệt có thời gian bảo quản đủ dài.

Các phương pháp giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế đã thực hiện nhiều thí nghiệm và nghiên cứu khác nhau để giải quyết vấn đề nêu trên, và kết quả là họ đã tìm thấy ngoài nhựa acrylic, nhựa thiol, và tác nhân hóa rắn ắn, chất ức chế quá trình polyme hóa gốc và chất làm chậm quá trình polyme hóa anion được bổ sung để thu được hợp phần nhựa hóa rắn được bằng quang học hoặc bằng nhiệt có thời gian bảo quản đủ dài để sử dụng thực tế. Do đó, sáng chế đã được hoàn thiện.

Sáng chế đề xuất hợp phần nhựa chứa nhựa acrylic (A), hợp chất thiol (B), tác nhân hóa rắn ắn (C), chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D), và chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E).

Tốt hơn là, hợp phần nhựa theo sáng chế còn chứa chất khơi mào polyme hóa gốc (F).

Tốt hơn là, hợp phần nhựa theo sáng chế còn chứa hợp chất có hai hoặc nhiều hơn hai liên kết đôi khác với nhựa acrylic (G).

Tốt hơn là, hợp chất (G) có hai hoặc nhiều hơn hai liên kết đôi khác với nhựa acrylic là ít nhất một chất được chọn từ polybutadien, ete polyvinyl, polybutadien có hai hoặc nhiều hơn hai nhóm glycidyl, và ete polyvinyl có hai hoặc nhiều hơn hai

nhóm glycidyl.

Tốt hơn là, tỷ lệ tương đương của nhựa acrylic (A) so với hợp chất thiol (B) nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,0.

Tốt hơn là, hàm lượng của chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D) nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 1,0 % khối lượng tính theo tổng lượng của hợp phần nhựa.

Tốt hơn là, tỷ lệ theo khối lượng giữa hàm lượng của chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E) so với hàm lượng của tác nhân hóa rắn ionic (C) nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1,0.

Tốt hơn là, chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D) là ít nhất một chất được chọn từ nhóm N-nitroso-N-phenylhydroxylamin, triphenylphosphin, p-metoxyphe-nol, và hydroquinon.

Tốt hơn là, chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E) là ít nhất một chất được chọn từ este borat, chelat nhôm, và axit hữu cơ.

Sáng chế đề xuất chất kết dính hoặc chất bịt kín chứa hợp phần bất kỳ trong các hợp phần nhựa được mô tả ở trên.

Hiệu quả kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế tạo ra hợp phần nhựa có thể hóa rắn được bằng quang học hoặc bằng nhiệt, có thời gian bảo quản đủ dài.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Dưới đây, các phương án thực hiện theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

Hợp phần nhựa theo một phương án thực hiện theo sáng chế chứa nhựa acrylic (A), hợp chất thiol (B), tác nhân hóa rắn ionic (C), chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D), và chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E).

Nhựa acrylic (A) là monome esteacrylat và/hoặc monome este metacrylat hoặc

oligome của nó. Monome este acrylat và/hoặc monome este metacrylat hoặc oligome của nó, có thể được sử dụng trong sáng chế này, được lấy ví dụ như sau.

Các ví dụ về nhựa acrylic (A) bao gồm tris(2-hydroxyetyl)isoxyanurat diacrylat và/hoặc dimetacrylat; tris(2-hydroxyetyl)isoxyanurat triacrylat và/hoặc trimetacrylat; trimetylolpropan triacrylat và/hoặc trimetacrylat hoặc oligome của nó; pentaerythritol triacrylat và/hoặc trimetacrylat hoặc oligome của nó; dipentaerythritol polyacrylat và/hoặc polymetacrylat; tris(acryloxyetyl) isoxyanurat; tris(acryloxyetyl) isoxyanurat được biến đổi caprolacton; tris(metacryloxyetyl) isoxyanurat được biến đổi caprolacton; dipentaerythritol polyacrylat được biến đổi alkyl và/hoặc polymetacrylat; và dipentaerythritol polyacrylat được biến đổi caprolacton và/hoặc polymetacrylat. Chúng có thể được sử dụng một mình hoặc kết hợp với hai hoặc nhiều hơn hai loại của chúng.

Hợp chất thiol (B) là hợp chất có nhóm thiol, và tốt hơn nếu là hợp chất có hai hoặc nhiều hơn hai nhóm thiol trong phân tử. Liên quan đến độ ổn định bảo quản, tốt hơn là, hàm lượng của các tạp chất cơ bản là nhỏ nhất có thể.

Các ví dụ về hợp chất thiol (B) bao gồm hợp chất thiol thu được từ quá trình este hóa của polyol và axit hữu cơ mercapto, như trimetylolpropan tris(thioglycolat), pentaerythritol tetrakis(thioglycolat), etylen glycol đithioglycolat, trimetylolpropan tris( $\beta$ -thiopropionat), pentaerythritol tetrakis( $\beta$ -thiopropionat), và dipentaerythritol poly( $\beta$ -thiopropionat). Chúng được ưu tiên trong trường hợp không sử dụng chất cơ bản trong sản xuất.

Các ví dụ bổ sung về hợp chất thiol (B) bao gồm hợp chất alkyl polythiol như 1,4-butandithiol, 1,5-pentandithiol, 1,6-hexandithiol, 1,8-octandithiol, 1,9-nonandithiol, và 1,10-decandithiol; polyete chứa nhóm thiol cuối; polythioete chứa nhóm thiol cuối; hợp chất thiol thu được từ phản ứng giữa hợp chất epoxy và hydro sulfua; và hợp chất thiol có nhóm thiol cuối thu được bởi phản ứng giữa hợp chất polythiol với hợp chất

epoxy. Khi chất cơ bản được sử dụng làm chất xúc tác phản ứng để sản xuất hợp chất thiol, tốt hơn là hợp chất thiol có hai hoặc nhiều hơn hai nhóm thiol trong phân tử và nồng độ của ion kim loại kiềm được đặt tới 50ppm hoặc thấp hơn nhờ việc loại kiềm.

Tác nhân hóa rắn ản (C) là hợp chất không tan và rắn ở nhiệt độ phòng, và được hòa tan bằng cách gia nhiệt để hoạt động như là chất tăng tốc hóa rắn. Các ví dụ của chúng bao gồm hợp chất imidazol là chất rắn ở nhiệt độ phòng, và chất tăng tốc hóa rắn ản sản phẩm cộng amin loại phân tán rắn, như sản phẩm phản ứng (gốc sản phẩm cộng amin-epoxy) của hợp chất amin với hợp chất epoxy, và sản phẩm phản ứng (gốc sản phẩm cộng ure) của hợp chất amin với hợp chất isoxyanat hoặc hợp chất ure.

Các ví dụ về hợp chất imidazol có thể được sử dụng theo sáng chế này và là chất rắn ở nhiệt độ thường, bao gồm, nhưng không giới hạn ở, 2-heptadexylimidazol, 2-phenyl-4,5-di-hydroxymetylimidazol, 2-undexylimidazol, 2-phenyl-4-metyl-5-hydroxymetylimidazol, 2-phenyl-4-benzyl-5-hydroxymetylimidazol, 2,4-điamin-6-(2-metylimidazolyl-(1))-etyl-S-triazin, sản phẩm cộng axit 2,4-điamin-6-(2'-metylimidazolyl-(1'))-etyl-S-triazin isoxyanuric, 2-metylimidazol, 2-phenylimidazol, 2-phenyl-4-metylimidazol, 1-xyanoetyl-2-phenylimidazol, 1-xyanoetyl-2-metylimidazol trimelitat, 1-xyanoetyl-2-phenylimidazol trimelitat, N-(2-metylimidazolyl-1-etyl)-ure, và N,N'-(2-metylimidazolyl-(1)-etyl)-adipoyldiamit.

Các ví dụ về hợp chất epoxy được sử dụng như là một trong số các vật liệu thô để tạo ra chất tăng tốc hóa rắn ản sản phẩm cộng amin loại phân tán rắn (gốc sản phẩm cộng amin-epoxy) có thể được sử dụng trong sáng chế này bao gồm, nhưng không giới hạn ở, polyglycidyl ete thu được bởi phản ứng giữa epiclohydrin với polyhydric phenol như bisphenol A, bisphenol F, catechol, hoặc resorxinol, hoặc rượu polyhydric như glyxerol hoặc polyetylen glycol; glyxidyl ete este thu được bởi phản ứng giữa epiclohydrin với axit hydroxycarboxylic như axit p-hydroxybenzoic hoặc axit

$\beta$ -hydroxynaphthoic; polyglycidyl este thu được bởi phản ứng giữa epichlorhydrin với axit polycarboxylic như axit phthalic hoặc axit terephthalic; hợp chất glycidyl amin thu được bởi phản ứng giữa epichlorhydrin với 4,4'-điaminodiphenylmetan hoặc m-aminophenol; hợp chất epoxy đa chức như nhựa phenol novolac được epoxy hóa, nhựa cresol novolac được epoxy hóa, và polyolefin được epoxy hóa, và hợp chất epoxy đơn chức như butyl glycidyl ete, phenyl glycidyl ete, và glycidyl metacrylat.

Hợp chất amin được sử dụng như là một vật liệu khác trong số các vật liệu thô để tạo ra chất tăng tốc hóa rắn ẩn sản phẩm cộng amin loại phân tán rắn có thể có một hoặc nhiều nguyên tử hydro hoạt tính có khả năng chịu phản ứng cộng với nhóm epoxy trong phân tử, và một hoặc nhiều nhóm chức được chọn từ các nhóm amin bậc một, bậc hai và bậc ba trong phân tử. Các ví dụ về hợp chất amin này bao gồm, nhưng không giới hạn ở, các amin béo như diethylentriamin, triethylentetramin, n-propylamin, 2-hydroxyethylaminopropylamin, cyclohexylamin, và 4,4'-điamino-đicyclohexylmetan; các hợp chất amin thơm như 4,4'-điaminodiphenylmetan và 2-metylanilin; và các hợp chất dị vòng chứa nguyên tử nitơ như 2-etyl-4-metylimidazol, 2-etyl-4-metylimidazolin, 2,4-đimetylimidazolin, piperidin, và piperazin.

Trong số chúng, hợp chất có nhóm amino bậc ba trong phân tử là vật liệu thô để tạo ra chất tăng tốc hóa rắn ẩn có khả năng tăng tốc hóa rắn tuyệt vời. Các ví dụ về hợp chất này bao gồm các amin bậc một hoặc bậc hai có nhóm amino bậc ba trong phân tử, bao gồm các hợp chất amin như đimetylaminopropylamin, diethylaminopropylamin, di-n-propylaminopropylamin, dibutylaminopropylamin, đimetylamoetylamin, diethylamoetylamin, và N-metylpipezazin, và các hợp chất imidazol như 2-metylimidazol, 2-etylimidazol, 2-etyl-4-metylimidazol, và 2-phenylimidazol; rượu, phenol, thiol, axit carboxylic, và hydrazit, với mỗi hợp chất có nhóm amino bậc ba trong phân tử, như 2-đimetylamoetanol, 1-metyl-2-đimetylamoetanol, 1-phenoxy-metyl-2-đimetylamoetanol, 2-diethylamoetanol,

1-butoxymetyl-2-đimetylaminooetanol,  
 1-(2-hydroxy-3-phenoxypropyl)-2-metylimidazol,  
 1-(2-hydroxy-3-phenoxypropyl)-2-etyl-4-metylimidazol,  
 1-(2-hydroxy-3-butoxypropyl)-2-metylimidazolin,  
 1-(2-hydroxy-3-butoxypropyl)-2-etyl-4-metylimidazol,  
 1-(2-hydroxy-3-phenoxypropyl)-2-phenylimidazolin,  
 1-(2-hydroxy-3-butoxypropyl)-2-metylimidazolin, 2-(đimetylaminometyl)phenol,  
 2,4,6-tris(đimetylaminometyl)phenol, N- $\beta$ -hydroxyetylmorpholin,  
 2-đimetylaminooetanhiol, 2-mercaptopyridin, 2-benzimidazol,  
 2-mercaptobenzimidazol, 2-mercaptobenzothiazol, 4-mercaptopyridin, axit  
 N,N-đimetylaminobenzoic, N,N-đimetylglyxin, axit nicotinic, axit isonicotinic, axit  
 picolinic, N,N-đimetylglyxin hydrazit, hydrazit axit N,N-đimetylpropionic, hydrazit  
 axit nicotinic, và hydrazit axit isonicotinic.

Các ví dụ về hợp chất isoxyanat được sử dụng làm vật liệu thô khác trong số  
 các vật liệu thô để sản xuất chất tăng tốc hóa rắn ẩn sản phẩm cộng amin loại phân tán  
 rắn bao gồm các hợp chất isoxyanat đơn chức như n-butylisoxyanat,  
 isopropylisoxyanat, phenylisoxyanat, và benzyl isoxyanat; các hợp chất isoxyanat đa  
 chức như hexametylen diisoxyanat, toluylene diisoxyanat, 1,5-naphtalen diisoxyanat,  
 diphenylmetan-4,4'-diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, xylylen diisoxyanat,  
 p-phenylene diisoxyanat, 1,3,6-hexametylen triisoxyanat, và bixycloheptan triisoxyanat;  
 và các hợp chất chứa nhóm isoxyanat cuối thu được bởi phản ứng giữa mỗi hợp chất  
 trong các hợp chất isoxyanat đa chức với hợp chất hydro hoạt hóa. Các ví dụ về các  
 hợp chất chứa nhóm isoxyanat cuối bao gồm, nhưng không giới hạn ở, hợp chất cộng  
 chứa nhóm isoxyanat cuối thu được bởi phản ứng giữa toluylene diisoxyanat với  
 trimetylolpropan, và hợp chất cộng chứa nhóm isoxyanat cuối thu được bởi toluylene  
 diisoxyanat với pentaerythritol.

Ngoài ra, các ví dụ về hợp chất ure bao gồm, nhưng không giới hạn ở, ure và thioure.

Chất tăng tốc hóa rắn ản loại phân tán rắn có thể sử dụng được trong sáng chế có thể được điều chế dễ dàng bằng cách trộn (a) hai thành phần của hợp chất amin và hợp chất epoxy, (b) ba thành phần của hai thành phần này và hợp chất hydro hoạt hóa, hoặc (c) hai hoặc ba thành phần của hợp chất amin và hợp chất isoxyanat hoặc/và hợp chất ure, cho hỗn hợp phản ứng tại nhiệt độ từ nhiệt độ phòng tới 200°C, sau đó làm lạnh và hóa rắn hỗn hợp thu được, tiếp theo là nghiền, hoặc cho các thành phần phản ứng trong dung môi như metyl etyl keton, đioxan, hoặc tetrahydrofuran, loại bỏ dung môi, và nghiền chất rắn.

Các ví dụ thông thường về chất tăng tốc hóa rắn ản loại phân tán rắn có bán trên thị trường bao gồm, nhưng không giới hạn ở chất tăng tốc hóa rắn ản gốc sản phẩm cộng amin-epoxy (gốc sản phẩm cộng amin) như "Amicure PN-23" (tên thương mại, cung cấp bởi Ajinomoto Co., Inc.), "Amicure PN-40" (tên thương mại, được cung cấp bởi Ajinomoto Co., Inc.), "Amicure PN-50" (tên thương mại, được cung cấp bởi Ajinomoto Co., Inc.), "Hardener-X-3661S" (tên thương mại, được cung cấp bởi A.C.R. Co., Ltd.), "Hardener-X-3670S" (tên thương mại, được cung cấp bởi A.C.R. Co., Ltd.), "NOVACURE HX-3742" (tên thương mại, được cung cấp bởi Asahi Kasei Corp.), và "NOVACURE HX-3721" (tên thương mại, được cung cấp bởi Asahi Kasei Corp.), và chất tăng tốc lưu hóa ản gốc sản phẩm cộng ure như "FUJICURE FXE-1000" (tên thương mại, được cung cấp bởi Fuji Kasei Co., Ltd.), và "FUJICURE FXR-1030" (được cung cấp bởi Fuji Kasei Co., Ltd.).

Việc bổ sung chất ức chế quá trình polyme hóa gốc của thành phần (D) là để tăng cường độ ổn định của hợp phần nhựa trong quá trình bảo quản, và để làm giảm phản ứng polyme hóa gốc không mong muốn.

Gốc có thể được tạo ra từ nhựa acrylic với khả năng thấp. Tại thời điểm này, bắt

đầu từ gốc, phản ứng polyme hóa gốc không mong muốn có thể được thực hiện. Việc bổ sung chất ức chế quá trình polyme hóa gốc có thể làm giảm phản ứng polyme hóa gốc không mong muốn.

Chất ức chế quá trình polyme hóa gốc đã biết có thể được sử dụng. Ví dụ, ít nhất một chất được chọn từ nhóm N-nitroso-N-phenylhydroxylamin, triphenylphosphin, p-metoxyphecol, và hydroquinon có thể được sử dụng. Ngoài ra, các chất ức chế quá trình polyme hóa gốc đã biết được mô tả trong các đơn sáng chế Nhật Bản (Kokai) số 2010-117545 và 2008-184514 cũng có thể được sử dụng.

Việc bổ sung chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E) là để tăng cường độ ổn định của hợp phần nhựa trong quá trình bảo quản, và để làm giảm phản ứng không mong muốn của nhóm amino với nhựa thiol.

Do tác nhân hóa rắn ản (tức là, imidazol và amin bậc ba) có nhóm amino, nên nhóm amino phản ứng với nhựa thiol để bắt đầu quá trình polyme hóa. Tác nhân hóa rắn ản được thiết kế sao cho phản ứng của nhóm amino không thể xuất hiện ở nhiệt độ phòng. Tuy nhiên, nhóm amino có thể phản ứng với nhựa thiol ở nhiệt độ phòng với khả năng rất thấp. Chất làm chậm quá trình polyme hóa anion phản ứng với nhóm amino trước phản ứng của nhóm amino với nhựa thiol, và do đó có chức năng hạn chế phản ứng không mong muốn của nhóm amino với nhựa thiol.

Chất làm chậm quá trình polyme hóa anion đã biết có thể được sử dụng. Ví dụ, ít nhất một chất được chọn từ este borat, chelat nhôm, và axit hữu cơ có thể được sử dụng. Ngoài ra, các este borat được mô tả trong công bố đơn sáng chế Nhật Bản (Kokai) số 2011-026539 và công bố lại của công bố đơn sáng chế quốc tế PCT cho đơn sáng chế số 2005-070991 có thể được sử dụng. Các chelat nhôm được mô tả trong công bố lại của công bố đơn sáng chế quốc tế PCT cho đơn sáng chế số 2005-070991 có thể được sử dụng. Các axit hữu cơ được mô tả trong patent Nhật Bản số 4394281 có thể được sử dụng.

Tốt hơn là, hợp phần nhựa theo sáng chế còn chứa (F) chất khơi mào polyme hóa gốc. Khi hợp phần nhựa chứa chất khơi mào polyme hóa gốc, hợp phần nhựa được cho phép hóa rắn trong khoảng thời gian ngắn bằng cách chiếu xạ tia UV. Chất khơi mào polyme hóa gốc sử dụng được theo sáng chế không bị giới hạn ở đó, và các vật liệu đã biết có thể được sử dụng. Các ví dụ cụ thể về chất khơi mào polyme hóa gốc bao gồm 1-hydroxyxyclohexyl phenyl keton, 2-hydroxy-2-metyl-1-phenylpropan-1-on, dietoxy axetophenon, 1-(4-isopropylphenyl)-2-hydroxy-2-metylpropan-1-on, 1-(4-dodecylphenyl)-2-hydroxy-2-metylpropan-1-on, 4-(2-hydroxyetoxy)-phenyl (2-hydroxy-2-propyl) keton, 2-metyl-1-[4-(metylthio)phenyl]-2-morpholinopropan-1, benzoin, ete benzoin metyl, ete benzoin etyl, ete benzoin isopropyl, ete benzoin n-butyl, ete benzoin phenyl, benzyl dimetyl ketal, benzophenon, axit benzoylbenzoic, metyl benzoylbenzoat, 4-phenylbenzophenon, hydroxybenzophenon, benzophenon được acryl hóa, 4-benzoyl-4'-metyl diphenyl sulfua, 3,3'-dimetyl-4-metoxibenzophenon, thioxanton, 2-clothioxanton, 2-metylthioxanton, 2,4-dimetylthioxanton, isopropylthioxanton, 2,4-diclothioxanton, 2,4-dietylthioxanton, 2,4-diisopropylthioxanton, oxit 2,4,6-trimetylbenzoyldiphenylphosphin, metylphenyl glyoxylat, benzyl, và camphorquinon.

Tốt hơn là, hợp phần nhựa theo sáng chế còn chứa (G) hợp chất có hai hoặc nhiều hơn hai liên kết đôi trong phân tử khác với nhựa acrylic. Do hợp chất có hai hoặc nhiều hơn hai liên kết đôi trong phân tử khác với nhựa acrylic không phản ứng nhiều với hợp chất thiol bằng cách gia nhiệt, hợp chất này có thể tăng cường độ ổn định của hợp phần nhựa trong quá trình bảo quản giống chất làm chậm quá trình polyme hóa anion.

Các ví dụ cụ thể về hợp chất (G) có hai hoặc nhiều hơn hai liên kết đôi khác với nhựa acrylic bao gồm polybutadien, ete polyvinyl, polybutadien có hai hoặc nhiều hơn hai nhóm glycidyl, và ete polyvinyl có hai hoặc nhiều hơn hai nhóm glycidyl. Trong

số này, hai hoặc nhiều hơn hai loại có thể được sử dụng kết hợp.

Hợp phần nhựa theo sáng chế có thể được điều chế bằng cách sử dụng các thành phần từ (A) đến (G) làm các vật liệu thô. Việc điều chế có thể được thực hiện theo các phương pháp thông thường đã biết. Ví dụ, các thành phần có thể được trộn bằng máy trộn như máy trộn Henschel để tạo ra hợp phần nhựa.

Tốt hơn là, nhựa acrylic (A) được trộn trong hợp chất thiol (B) tại tỷ lệ tương đương từ 0,5 đến 2,0 (0,5 hoặc lớn hơn và 2,0 hoặc nhỏ hơn). "Tỷ lệ tương đương" được sử dụng ở đây có nghĩa là tỷ lệ giữa khối lượng tương đương của hợp chất thiol với khối lượng tương đương của nhựa acrylic. Khối lượng của một đương lượng của hợp chất thiol bằng giá trị thu được bằng cách chia khối lượng phân tử của hợp chất thiol cho số nhóm thiol trong phân tử. Khối lượng của một đương lượng của nhựa acrylic bằng giá trị thu được bằng cách chia khối lượng phân tử của nhựa acrylic cho số nhóm acrylic (hoặc nhóm metacrylic) trong phân tử. Do đó, tỷ lệ tương đương của nhựa acrylic (A) so với hợp chất thiol (B) bằng từ 0,5 đến 2,0 nghĩa là số nhóm acrylic (nhóm metacrylic) với mỗi nhóm thiol nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,0.

Khi tỷ lệ trộn của nhựa acrylic (A) so với hợp chất thiol (B) nằm trong giới hạn này thì độ ổn định của hợp phần nhựa trong quá trình bảo quản có thể được tăng cường, và thời gian bảo quản của hợp phần nhựa có thể được kéo dài.

Trong hợp phần nhựa theo sáng chế, tốt hơn nếu hàm lượng của chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D) nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 1,0 % khối lượng trên tổng lượng của hợp phần nhựa. Khi hàm lượng của chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D) nằm trong khoảng này, độ ổn định của hợp phần nhựa trong quá trình bảo quản có thể được tăng cường, và thời gian bảo quản của hợp phần nhựa có thể được kéo dài.

Trong hợp phần nhựa theo sáng chế, tốt hơn nếu tỷ lệ theo khối lượng của hàm lượng của chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E) so với khối lượng của hàm

lượng của tác nhân hóa rắn ản (C) nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1,0. Khi hàm lượng của chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E) được đặt sao cho tỷ lệ nằm trong khoảng này thì độ ổn định của hợp phần nhựa trong quá trình bảo quản có thể được tăng cường, và thời gian bảo quản của hợp phần nhựa có thể được kéo dài.

Hợp phần nhựa theo sáng chế có thể còn chứa ít nhất một chất phụ gia được chọn từ nhóm bao gồm chất độn silica, tác nhân gắn kết silan, tác nhân bẫy ion, tác nhân làm đều, chất chống oxy hóa, tác nhân chống tạo bọt, và tác nhân lưu biến, nếu cần. Ngoài ra, hợp phần nhựa có thể chứa chất cải thiện độ nhớt, chất làm chậm cháy, hoặc dung môi.

Hợp phần nhựa theo sáng chế có thể được sử dụng làm chất kết dính của các phần liên kết với nhau hoặc vật liệu thô của chúng.

Hợp phần nhựa theo sáng chế có thể được sử dụng làm chất bịt kín của phần điện tử hoặc vật liệu thô của chúng.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Dưới đây, các ví dụ của sáng chế sẽ được mô tả nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

#### *Tạo thành hợp phần nhựa*

Các hợp phần nhựa theo các ví dụ từ 1 đến 21 được tạo ra bằng cách trộn các thành phần theo tỷ lệ được thể hiện trong các bảng 1 và 2.

Các hợp phần nhựa theo các ví dụ so sánh 1 và 2 được tạo ra bằng cách trộn các thành phần theo tỷ lệ được thể hiện trong bảng 3.

Các số chỉ dẫn được thể hiện ở dạng từng tỷ lệ của các thành phần từ (A) tới (G) trong các bảng từ 1 đến 3 đều được thể hiện theo phần khối lượng.

Cụ thể, các chất dưới dạng mỗi trong số các thành phần từ (A) đến (G) trong

các bảng từ 1 đến 3 là như sau. Một số công thức cấu tạo của các thành phần từ (A) đến (G) được thể hiện bởi các [Hóa chất 1], [Hóa chất 2], [Hóa chất 3], và [Hóa chất 4] dưới đây.

(A1) Nhựa acrylic 1: "EBECRYL810" được cung cấp bởi DAICEL-CYTEC Company, Ltd., polyeste acrylat, khối lượng phân tử trung bình khối: xấp xỉ 1000, độ chức: 4.

(A2) Nhựa acrylic 2: "M7100" được cung cấp bởi TOAGOSEI CO., LTD., polyeste acrylat, khối lượng phân tử trung bình khối: xấp xỉ 1000, độ chức: 3 hoặc cao hơn.

(B1) Hợp chất thiol 1: "PEMP II" được cung cấp bởi SC Organic Chemical Co., Ltd., pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat)

(B2) Hợp chất thiol 2: "TMMP" được cung cấp bởi SC Organic Chemical Co., Ltd., trimethylolpropan tris(3-mercaptopropionat), khối lượng phân tử trung bình khối: 398.

(B3) Hợp chất thiol 3: "DPMP" được cung cấp bởi SC Organic Chemical Co., Ltd., dipentaerythritol hexakis(3-mercaptopropionat), khối lượng phân tử trung bình khối: 783.

(B4) Hợp chất thiol 4: "Karenz MT" được cung cấp bởi Showa Denko K.K., pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopbutyrat), phân tử lượng: 544,8.

(C1) Tác nhân hóa rắn 1: "PN-50" được cung cấp bởi Ajinomoto Fine-Techno Co., Inc.

(C2) Tác nhân hóa rắn 2: "PN-23" được cung cấp bởi Ajinomoto Fine-Techno Co., Inc.

(D1) Chất ức chế quá trình polyme hóa gốc 1: được cung cấp bởi Wako Pure

Chemical Industries, Ltd., nhôm N-nitroso-N-phenylhydroxylamin, phân tử lượng: 488,33.

(D2) Chất ức chế quá trình polyme hóa gốc 2: được cung cấp bởi Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., triphenylphosphin, phân tử lượng: 262,29.

(E1) Chất làm chậm quá trình polyme hóa anion 1: được cung cấp bởi Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., triisopropyl borat, phân tử lượng: 188,07.

(E2) Chất làm chậm quá trình polyme hóa anion 2: được cung cấp bởi Ajinomoto Fine-Techno Co., Inc., chelat nhôm, axetoalkoxy nhôm diisopropylat, phân tử lượng: 496,70.

(E3) Chất làm chậm quá trình polyme hóa anion 3: được cung cấp bởi Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., axit barbituric, phân tử lượng: 128,09.

(E4) Chất làm chậm quá trình polyme hóa anion 4: được cung cấp bởi Ajinomoto Fine-Techno Co., Inc., este borat (triisopropyl borat)

(F1) Chất khơi mào polyme hóa gốc 1: "Lucirin TPO" được cung cấp bởi BASF, oxit diphenyl(2,4,6-trimethoxybenzoyl)phosphin, phân tử lượng: 348,37.

(G1) Hợp chất 1 có hai hoặc nhiều hơn hai liên kết đôi khác với nhựa acrylic: được cung cấp bởi ADEKA CORPORATION, polybutadien có nhóm glycidyl, 1,2-polybutadien được epoxy hóa, phân tử lượng: 1000.

(G2) Hợp chất 2 có hai hoặc nhiều hơn hai liên kết đôi khác với nhựa acrylic: được cung cấp bởi MARUZEN PETROCHEMICAL CO., LTD., ete polyvinyl có nhóm glycidyl, ete butandiol monovinyl monoglycidyl, phân tử lượng: 172,2.

Bảng 1

| Ví dụ                                                                     |    | 1      | 2      | 3      | 4      | 5      | 6      | 7      | 8      | 9      | 10     |
|---------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Nhựa acrylic (A)                                                          | A1 | 100    | 100    | 100    | 100    | 100    | 80     | 80     | 100    | 100    |        |
|                                                                           | A2 |        |        |        |        |        |        |        |        |        | 100    |
| Hợp chất thiol (B)                                                        | B1 | 25     | 50     | 75     | 100    | 50     | 50     | 50     | 50     | 50     | 65     |
|                                                                           | B2 |        |        |        |        |        |        |        |        |        |        |
|                                                                           | B3 |        |        |        |        |        |        |        |        |        |        |
|                                                                           | B4 |        |        |        |        |        |        |        |        |        |        |
| Tác nhân hóa rắn ản (C)                                                   | C1 | 10     | 10     | 10     | 10     | 10     | 10     | 10     | 10     | 10     | 10     |
|                                                                           | C2 |        |        |        |        |        |        |        |        |        |        |
| Chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D)                                  | D1 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 |
|                                                                           | D2 |        |        |        |        |        |        |        |        |        |        |
| Chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E)                              | E1 | 1      | 1      | 1      | 1      | 1      | 1      | 1      |        |        |        |
|                                                                           | E2 |        |        |        |        |        |        |        | 10     |        |        |
|                                                                           | E3 |        |        |        |        |        |        |        |        | 1      |        |
|                                                                           | E4 |        |        |        |        |        |        |        |        |        | 1      |
| Chất khơi mào polyme hóa gốc (F)                                          | F1 |        |        |        |        | 1      |        |        |        |        |        |
| Hợp chất có hai hoặc nhiều hơn hai liên kết đôi khác với nhựa acrylic (G) | G1 |        |        |        |        |        | 20     |        |        |        |        |
|                                                                           | G2 |        |        |        |        |        |        | 20     |        |        |        |
| Tỷ lệ tương đương của nhựa acrylic so với hợp chất thiol                  |    | 0,5    | 1      | 1.5    | 2      | 1      | 1      | 1      | 1      | 1      | 1      |

Bảng 2

| Ví dụ                                                                     |    | 11     | 12     | 13     | 14     | 15  | 16    | 17    | 18    | 19    | 20    | 21    |
|---------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|--------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Nhựa acrylic (A)                                                          | A1 | 100    | 100    | 100    | 100    | 100 |       |       |       |       |       |       |
|                                                                           | A2 |        |        |        |        |     | 100   | 100   | 100   | 100   | 100   | 100   |
| Hợp chất thiol (B)                                                        | B1 |        |        |        | 50     | 50  | 98    |       |       | 67    |       |       |
|                                                                           | B2 | 53     |        |        |        |     |       | 107   |       |       | 73    |       |
|                                                                           | B3 |        | 53     |        |        |     |       |       | 107   |       |       | 73    |
|                                                                           | B4 |        |        | 55     |        |     |       |       |       |       |       |       |
| Tác nhân hóa rắn (C)                                                      | C1 | 10     | 10     | 10     |        | 10  | 10    | 11    | 11    | 9     | 9     | 9     |
|                                                                           | C2 |        |        |        | 10     |     |       |       |       |       |       |       |
| Chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D)                                  | D1 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 | 0,0001 |     | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,001 |
|                                                                           | D2 |        |        |        |        | 0,1 |       |       |       |       |       |       |
| Chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E)                              | E1 | 1      | 1      | 1      | 1      | 1   |       |       |       |       |       |       |
|                                                                           | E2 |        |        |        |        |     |       |       |       |       |       |       |
|                                                                           | E3 |        |        |        |        |     |       |       |       |       |       |       |
|                                                                           | E4 |        |        |        |        |     | 0,6   | 0,7   | 0,7   | 0,5   | 0,5   | 0,5   |
| Chất khơi mào polyme hóa gốc (F)                                          | F1 |        |        |        |        |     |       |       |       |       |       |       |
| Hợp chất có hai hoặc nhiều hơn hai liên kết đôi khác với nhựa acrylic (G) | G1 |        |        |        |        |     |       |       |       |       |       |       |
|                                                                           | G2 |        |        |        |        |     |       |       |       |       |       |       |
| Tỷ lệ tương đương của nhựa acrylic so với hợp chất thiol                  |    | 1      | 1      | 1      | 1      | 1   | 1,5   | 1,5   | 1,5   | 1     | 1     | 1     |

Bảng 3

| Ví dụ so sánh                                                             |    | 1      | 2   |
|---------------------------------------------------------------------------|----|--------|-----|
| Nhựa acrylic (A)                                                          | A1 | 100    | 100 |
|                                                                           | A2 |        |     |
| Hợp chất thiol (B)                                                        | B1 | 50     | 50  |
|                                                                           | B2 |        |     |
|                                                                           | B3 |        |     |
|                                                                           | B4 |        |     |
| Tác nhân hóa rắn ản (C)                                                   | C1 | 10     | 10  |
|                                                                           | C2 |        |     |
| Chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D)                                  | D1 | 0,0001 |     |
|                                                                           | D2 |        |     |
| Chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E)                              | E1 |        | 1   |
|                                                                           | E2 |        |     |
|                                                                           | E3 |        |     |
|                                                                           | E4 |        |     |
| Chất khơi mào polyme hóa gốc (F)                                          | F1 |        |     |
| Hợp chất có hai hoặc nhiều hơn hai liên kết đôi khác với nhựa acrylic (G) | G1 |        |     |
|                                                                           | G2 |        |     |
| Tỷ lệ tương đương của nhựa acrylic so với hợp chất thiol                  |    | 1      | 1   |

Bảng 4

| Ví dụ                           | 1   | 2   | 3   | 4   | 5   | 6    | 7   | 8   | 9   | 10  |
|---------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|------|-----|-----|-----|-----|
| Ngoại quan (nhiệt 80°C/20 phút) | ○   | ○   | ○   | ○   | ○   | ○    | ○   | ○   | ○   | ○   |
| Thời gian bảo quản [giờ]        | 96< | 96  | 72  | 48  | 96  | 96<  | 96< | 48  | 96< | 65  |
| Độ nhớt [mPa·s]                 | 590 | 580 | 570 | 570 | 585 | 7000 | 640 | 700 | 780 | 940 |
| Hệ số giãn nở tuyến tính [ppm]  | 80  | 80  | 80  | 80  | 75  | 80   | 80  | 80  | 80  | 80  |
| Suất đàn hồi kéo (25°C) [MPa]   | 5   | 10  | 10  | 5   | 8   | 5    | 5   | 10  | 10  | 10  |
| Tg (°C)                         | -20 | -10 | -10 | -20 | -10 | -20  | -20 | -10 | -10 | 10  |

Bảng 5

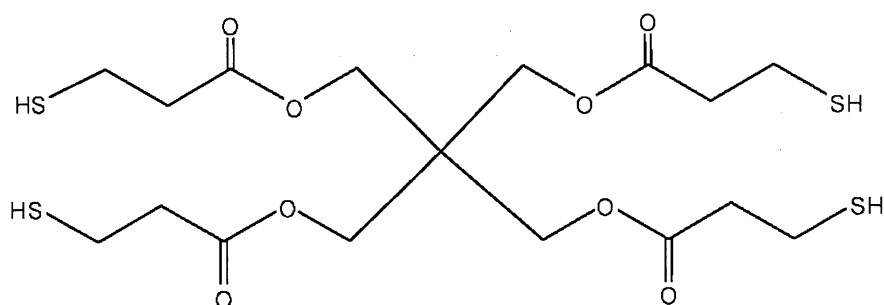
| Ví dụ                           | 11  | 12   | 13   | 14  | 15  | 16   | 17   | 18   | 19   | 20   | 21   |
|---------------------------------|-----|------|------|-----|-----|------|------|------|------|------|------|
| Ngoại quan (nhiệt 80°C/20 phút) | ○   | ○    | ○    | ○   | ○   | ○    | ○    | ○    | ○    | ○    | ○    |
| Thời gian bảo quản [giờ]        | 48  | 72   | 96   | 24  | 48  | 96<  | 96<  | 96<  | 96<  | 96<  | 96<  |
| Độ nhớt [mPa·s]                 | 470 | 1500 | 1000 | 580 | 580 | 2516 | 1043 | 6020 | 3306 | 1591 | 7120 |
| Hệ số giãn nở tuyến tính [ppm]  | 80  | 80   | 80   | 80  | 80  | 80   | 80   | 80   | 80   | 80   | 80   |
| Suất đàn hồi kéo (25°C) [MPa]   | 10  | 10   | 10   | 10  | 10  | 10   | 10   | 10   | 10   | 10   | 10   |
| Tg (°C)                         | -10 | -10  | -10  | -10 | -10 | 0    | -10  | 10   | 0    | -10  | 10   |

Bảng 6

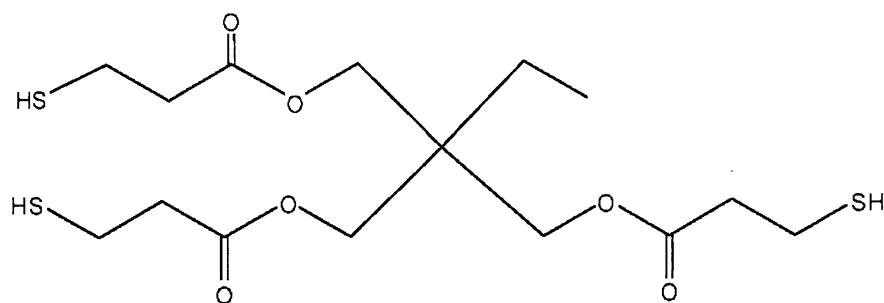
| Ví dụ so sánh                   | 1   | 2   |
|---------------------------------|-----|-----|
| Ngoại quan (nhiệt 80°C/20 phút) | ○   | ○   |
| Thời gian bảo quản [giờ]        | 0,1 | 12  |
| Độ nhớt [mPa.s]                 | -   | 580 |
| Hệ số giãn nở tuyến tính [ppm]  | -   | -   |
| Suất đàn hồi kéo (25°C) [MPa]   | -   | -   |
| Tg (°C)                         | -   | -   |

## Hóa chất 1

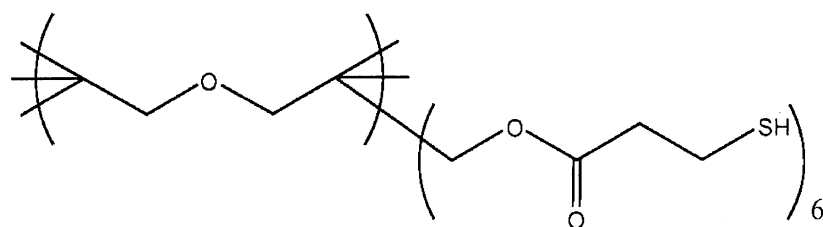
(B 1)



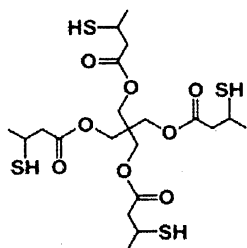
(B 2)



(B 3)

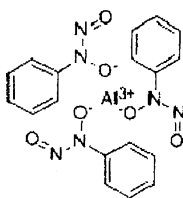


(B 4)

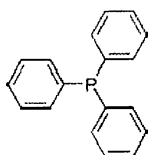


## Hóa chất 2

(D 1)

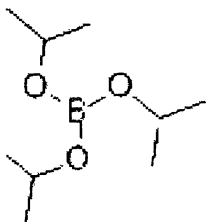


(D 2)

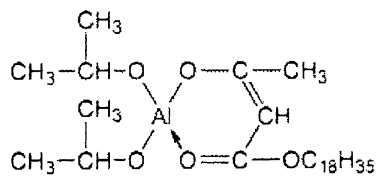


Hóa chất 3

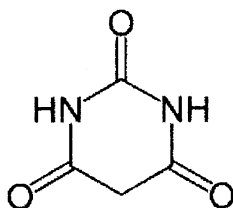
(E 1)



(E 2)

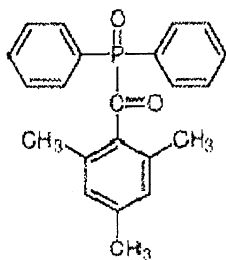


(E 3)

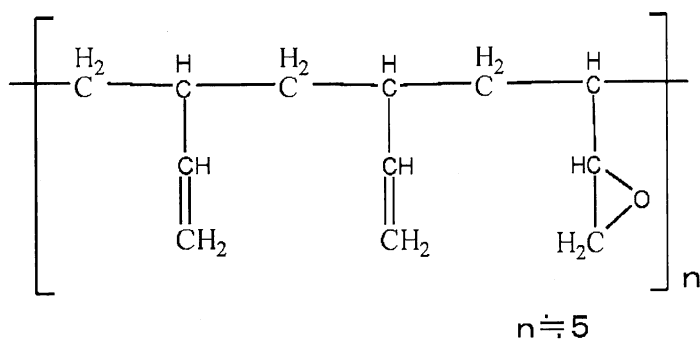


## Hóa chất 4

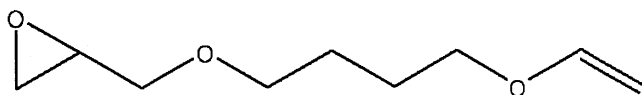
(F 1)



(G 1)



(G 2)



Hóa rắn bằng cách gia nhiệt và quan sát ngoại quan của sản phẩm hóa rắn được thu được

Mỗi hợp phần nhựa thu được trong các ví dụ từ 1 đến 21 và các ví dụ so sánh 1 và 2 được đặt lên trên tấm nóng ở nhiệt độ 80°C và được để yên trong 20 phút. Kết quả là, từ mỗi hợp phần nhựa theo các ví dụ từ 1 đến 21 và các ví dụ so sánh 1 và 2, thu được một sản phẩm nhựa hóa rắn được có ngoại quan tốt. Các sản phẩm nhựa hóa rắn thu được được chích bởi dụng cụ dạng mũi tiêm để xác nhận liệu sản phẩm đã hóa rắn được hoàn toàn hay chưa. Sản phẩm nhựa hóa rắn chưa hóa rắn được hoàn toàn và gần như ở trạng thái lỏng sẽ được đánh giá là có chất lượng kém (X), và sản phẩm hóa rắn được hoàn toàn sẽ được đánh giá là có chất lượng tốt (O).

Các kết quả được thể hiện trên các bảng từ 4 đến 6.

*Hóa rắn bằng cách chiếu xạ UV, và quan sát ngoại quan của sản phẩm hóa rắn được thu được*

Mỗi hợp phần nhựa theo các ví dụ từ 1 đến 21 và Các ví dụ đối chứng 1 và 2 được chiếu xạ với ánh sáng cực tím (ultraviolet light - UV) sử dụng thiết bị chiếu xạ UV loại lò băng chuyên ở điều kiện cường độ bức xạ là  $400 \text{ mJ/cm}^2$ . Kết quả là, từ mỗi hợp phần nhựa theo các ví dụ từ 1 đến 21 thu được một sản phẩm nhựa hóa rắn hóa rắn được tới mức độ có khả năng được cố định sơ bộ. Cụ thể, sản phẩm nhựa hóa rắn theo ví dụ 5 chứa chất khơi mào polyme hóa gốc cứng hơn sản phẩm của các ví dụ khác, và nhờ đó việc hóa rắn bằng cách chiếu xạ UV cũng dễ dàng được thực hiện.

*Xác định thời gian bảo quản*

Thời gian bảo quản của mỗi hợp phần nhựa theo các ví dụ từ 1 đến 21 và các ví dụ so sánh 1 và 2 được đo. Như được thấy từ các kết quả trong các bảng từ 4 đến 6, thời gian bảo quản của mỗi hợp phần nhựa theo các ví dụ từ 1 đến 21 là ít nhất 24 giờ (ví dụ 14). Do đó, có thể đạt được thời gian bảo quản đủ dài cho các sử dụng trong thực tế. Trái lại, thời gian bảo quản của mỗi hợp phần nhựa theo các ví dụ so sánh 1 và 2 nhiều nhất chỉ là 12 giờ (ví dụ so sánh 2). Do đó, không đạt được thời gian bảo quản đủ dài cho sử dụng thực tế.

*Xác định độ nhớt*

Độ nhớt của mỗi hợp phần nhựa theo các ví dụ từ 1 đến 21 và các ví dụ so sánh 1 và 2 được đo.

Cụ thể, độ nhớt tại tốc độ 10 vòng/phút được đo bởi thiết bị TV-22 Viscometer TVE-22H (động cơ hình côn:  $1^\circ 34' \times R24$ ) được sản xuất bởi TOKI SANGYO CO., LTD., trong khi nhiệt độ của hợp phần nhựa được giữ tại  $25 \pm 2^\circ \text{C}$ .

*Xác định hệ số giãn nở tuyến tính*

Hệ số giãn nở tuyến tính của mỗi hợp phần nhựa theo các ví dụ từ 1 đến 21 và

các ví dụ so sánh 1 và 2 được đo.

Cụ thể, hợp phần nhựa được phết lên tấm thép không rỉ có kích thước 40mmx60mm nhờ máy in rô-nê-ô sao cho độ dày màng được hóa cứng là  $150 \pm 100 \mu\text{m}$  để tạo thành màng. Màng được để yên ở nhiệt độ  $80^\circ\text{C}$  trong một giờ để hóa rắn được. Màng được tách ra khỏi tấm thép không rỉ, và được cắt thành đoạn có kích thước định trước (5mmx40mm) bằng máy cắt. Đoạn này được hoàn thiện bằng giấy ráp để tạo thành bề mặt nhẵn. Màng được đo bằng cách sử dụng thiết bị phân tích cơ nhiệt, xêri TMA4000SA, được sản xuất bởi Bruker AXS, Inc., hoặc thiết bị tương đương dưới chế độ ứng suất, và hệ số giãn nở tuyến tính được xác định.

#### *Xác định suất đàn hồi kéo*

Suất đàn hồi kéo của mỗi hợp phần nhựa theo các ví dụ từ 1 đến 21 và các ví dụ so sánh 1 và 2 được đo.

Cụ thể, hợp phần nhựa được phết lên tấm thép không rỉ có kích thước 40mmx60mm nhờ máy in rô-nê-ô sao cho độ dày màng được hóa cứng là  $150 \pm 100 \mu\text{m}$  để tạo thành màng. Màng được để yên ở nhiệt độ  $80^\circ\text{C}$  trong một giờ để được hóa cứng. Màng được tách ra khỏi tấm thép không rỉ, và được cắt thành đoạn có kích thước định trước (5mmx40mm) bằng máy cắt. Đoạn này được hoàn thiện bằng giấy ráp để tạo bề mặt nhẵn. Màng được đo bằng cách sử dụng thiết bị phân tích cơ học động (dynamic mechanical analysis - DMA) được sản xuất bởi Seiko Instruments Inc., theo JIS C6481. Suất lưu tại  $25^\circ\text{C}$  được sử dụng làm suất đàn hồi kéo.

#### *Xác định $T_g$*

$T_g$  của mỗi hợp phần nhựa theo các ví dụ từ 1 đến 21 và các ví dụ so sánh 1 và 2 được đo.

Cụ thể, hợp phần nhựa được phết lên tấm thép không rỉ có kích thước 40mmx60mm bởi máy in rô-nê-ô sao cho độ dày của màng được hóa cứng là

150±100µm để tạo thành màng. Màng được để yên ở nhiệt độ 80°C trong 1 giờ để hóa cứng. Màng được tách ra khỏi tấm thép không rỉ, và cắt thành đoạn có kích thước định trước (5mmx40mm) bằng máy cắt. Đoạn này được hoàn thiện bằng giấy ráp để tạo bề mặt nhẵn. Màng được đo bằng cách sử dụng thiết bị phân tích cơ học động (dynamic mechanical analysis - DMA) được sản xuất bởi Seiko Instruments Inc., theo JIS C6481.

Các kết quả đo của thời gian bảo quản, độ nhớt, hệ số giãn nở tuyến tính, suất đàn hồi kéo, và Tg trong các ví dụ từ 1 đến 21 và các ví dụ đối chứng 1 và 2 như được thể hiện trên các bảng từ 4 đến 6.

#### *Xem xét các kết quả*

Như có thể thấy từ các kết quả trong các ví dụ từ 1 đến 21, thời gian bảo quản của hợp phần nhựa theo sáng chế là ít nhất 24 giờ, và đạt được thời gian bảo quản đủ dài cho các hoạt động thực tế.

Trái lại, do mỗi hợp phần nhựa theo các ví dụ đối chứng 1 và 2 không chứa ít nhất một chất ức chế quá trình polyme hóa gốc và chất làm chậm quá trình polyme hóa anion, nên thời gian bảo quản tối đa là 12 giờ, và không đạt được thời gian bảo quản đủ dài cho các sử dụng thực tế.

Như có thể thấy từ các kết quả trong các ví dụ từ 1 đến 21, tốt hơn nếu tỷ lệ theo khối lượng của hàm lượng của chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E) so với thành phần của tác nhân hóa rắn ản (C) nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1,0 để thu được thời gian bảo quản dài hơn.

**YÊU CẦU BẢO HỘ**

1. Hợp phần nhựa chứa nhựa acrylic (A), hợp chất thiol (B), tác nhân hóa rắn ắn (C), chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D), và chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E),

trong đó ít nhất một trong số nhựa acrylic (A) và hợp chất thiol (B) là đa chức;

tỷ lệ tương đương của nhựa acrylic (A) so với hợp chất thiol (B) nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,0,

hàm lượng của chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D) nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 1,0 % khối lượng tính theo tổng lượng hợp phần nhựa,

tỷ lệ theo khối lượng giữa hàm lượng của chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E) với hàm lượng của tác nhân hóa rắn ắn (C) nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1,0, và

chất làm chậm quá trình polyme hóa anion (E) là este borat.

2. Hợp phần nhựa theo điểm 1, trong đó chất ức chế quá trình polyme hóa gốc (D) là nhôm N-nitroso-N-phenylhydroxylamin.

3. Hợp phần nhựa theo điểm 1 hoặc 2, trong đó hợp phần này chứa chất khơi mào polyme hóa gốc (F).

4. Hợp phần nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hợp phần này chứa polybutadien(G).

5. Hợp phần nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hợp phần này chứa polybutadien (G) có hai hoặc nhiều hơn hai nhóm glycidyl.

6. Chất kết dính chứa hợp phần nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5.

7. Chất bột kín chứa hợp phần nhựa theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5.