



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0029440

(51)^{2020.01} C08G 63/00; C08G 63/82; C08G 67/02; (13) B
C08G 63/16

(21) 1-2020-00824

(22) 14/02/2020

(45) 25/09/2021 402

(43) 25/06/2020 387ASC

(73) CÔNG TY CỔ PHẦN TẬP ĐOÀN AN PHÁT HOLDINGS (VN)

Lô CN11+CN12, cụm CN An Đồng, Thị trấn Nam Sách, Huyện Nam Sách, Tỉnh Hải Dương

(72) Phạm Ánh Dương (VN); LIM, Heon-Young (KR); CHOI, Seung-Lyul (KR); CHO, Yoon (KR).

(74) Công ty TNHH Sáng chế ACTIP (ACTIP PATENT LIMITED)

(54) CHẾ PHẨM NHỰA POLYESTE BÉO PHÂN HỦY SINH HỌC VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học và phương pháp điều chế chế phẩm này, cụ thể hơn là bằng cách trộn diol béo và axit dicarboxylic béo với sự có mặt của hợp chất đa chức rồi tiến hành lần lượt các phản ứng este hóa, phản ứng transeste và phản ứng trùng ngưng để có thể cải thiện tốc độ phản ứng, giảm nguy cơ gel hóa và giúp tăng độ bền kéo, độ giãn nở và khả năng gia công tốt hơn so với nhựa polyeste béo thông thường. Hơn nữa phương pháp điều chế và chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học thân thiện với môi trường khi chôn lấp và phân hủy sinh học trong môi trường tự nhiên.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập tới phương pháp điều chế và chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học thu được từ phản ứng bằng cách trộn diol béo và axit đicarboxylic béo với sự có mặt của hợp chất đa chức rồi lần lượt cho tiến hành các phản ứng este hóa, phản ứng transeste và phản ứng trùng ngưng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhựa polyeste béo là loại nhựa được biết tới rộng rãi trong nhiều thập kỉ và đang tiếp tục được nghiên cứu để mở rộng việc sử dụng, cải thiện tính chất cơ học và khả năng gia công. Cho đến nay, có rất nhiều loại nhựa phân hủy sinh học được biết đến nhưng mỗi loại có tính chất phân hủy sinh học, thành phần phân tử và các tính chất vật lý khác nhau, do đó việc ứng dụng các loại nhựa phân hủy sinh học bị hạn chế khi áp dụng cho sản phẩm hoặc bị hạn chế do tính chất sản phẩm và tính tạo hình kém.

Đặc biệt, nhựa polyeste béo đã biết có khả năng phân hủy sinh học và các vật liệu có tính phân hủy sinh học được ứng dụng chủ yếu cho vật liệu y tế, nông nghiệp, ngư nghiệp và các vật liệu trong ngành đóng gói và các lĩnh vực ứng dụng đang dần được mở rộng.

Tuy nhiên, nhựa polyeste béo hiện có dễ bị nhiệt phân do tính ổn định nhiệt thấp trong quá trình nóng chảy làm cho phạm vi điều kiện tạo hình khá hẹp và tỷ lệ lỗi của sản phẩm cao. Ngoài ra, chỉ số nóng chảy cao không những làm cho khả năng gia công thấp mà còn hạn chế việc sử dụng do tính chất cơ học như độ bền kéo và độ bền xé kém.

Để giải quyết các vấn đề nêu trên, đơn patent Hàn Quốc số 1993-0020638 đã bộc lộ phương pháp tổng hợp nhựa polyeste béo có khối lượng phân tử cao với khối lượng phân tử trung bình số từ 30.000 trở lên bằng cách điều chỉnh nhiệt độ phản ứng, điều kiện chân không và chất xúc tác thích hợp. Tuy nhiên, nhựa polyeste béo được sản xuất bằng phương pháp này có một số vấn đề như khối lượng phân tử trung bình số thấp, khá nhạy cảm với nhiệt do đó làm giảm khả năng tạo hình.

Ngoài ra, đơn patent Hàn Quốc số 1997-0004788 đã bộc lộ phương pháp điều

chế nhựa polyeste béo khối lượng phân tử cao bằng cách thêm đơn phân (monomer) của rượu polyhydric hóa trị 3 hoặc cao hơn hoặc axit cacbohydric hóa trị 3 hoặc cao hơn khi điều chế polyeste. Theo phương pháp này, bằng cách đưa đơn phân vào chuỗi phản ứng có thể làm giảm thời gian phản ứng, khuếch tán phân bố khối lượng phân tử, và cải thiện khả năng tạo hình. Tuy nhiên, polyeste có khối lượng phân tử thấp tăng nhanh và tính chất cơ học như độ bền kéo bị giảm nên không những khó ứng dụng vào thực tế mà còn làm cho khả năng phản ứng bị thay đổi nhiều ngay cả với sự thay đổi nhỏ của điều kiện phản ứng và điều kiện chất xúc tác, điều này gây khó khăn cho việc quản lý chất lượng sản phẩm, và tăng khả năng bị gel hóa của nhựa.

Hơn nữa, đơn patent Hàn Quốc số 2011-0054172 đã bộc lộ phương pháp điều chế copolyeste béo bằng cách bổ sung hợp chất carbodiimit và hợp chất oxazolin vào phản ứng trùng ngưng hoặc phản ứng este hóa. Phương pháp này sử dụng đồng thời hợp chất carbodiimit và hợp chất oxazolin có thể gây ra sự gel hóa trong quá trình phản ứng. Chế phẩm nhựa được điều chế bằng phương pháp này không những khó điều chỉnh phản ứng gel hóa trong quá trình phản ứng mà còn có thể gây ra tổn thất về mặt kinh tế do lỗi ngoại quan như khuyết tật bề mặt sản phẩm hoặc phát sinh lỗi gia công gây ra bởi mất cá, gel trong quá trình gia công do sự tồn tại các phân tử có khối lượng phân tử cực cao bị gel hóa ngay cả khi chế phẩm nhựa được điều chế với quá trình kiểm soát nghiêm ngặt.

Do vậy, việc phát triển nghiên cứu chế phẩm nhựa mới có khả năng phân hủy sinh học cao đồng thời có các tính chất cơ học thấp của nhựa polyeste béo thông thường đang là vấn đề cấp thiết hiện nay.

Tài liệu kỹ thuật liên quan

Tài liệu patent

Tài liệu patent (1): đơn patent Hàn Quốc số 1993-0020638

Tài liệu patent (2): đơn patent Hàn Quốc số 1997-0004788

Tài liệu patent (3): đơn patent Hàn Quốc số 2011-0054172.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

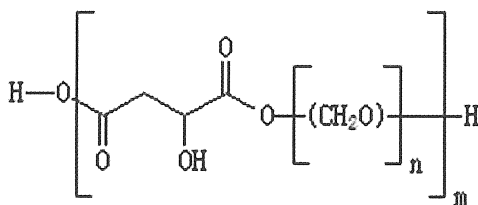
Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học được cải thiện tính chất cơ học như độ giãn dài, độ bền kéo, khả năng gia công, đồng

thời có khả năng phân hủy sinh học vượt trội nhằm giải quyết các vấn đề nêu trên.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất phương pháp điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học với tốc độ phản ứng được cải thiện trong khi giảm nguy cơ gel hóa.

Chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học được điều chế bằng cách tiến hành lần lượt các phản ứng este hóa, phản ứng transeste và phản ứng trùng ngưng diol béo và axit đicarboxylic béo với sự có mặt của hợp chất đa chức được biểu thị bằng công thức 1 bên dưới:

công thức 1

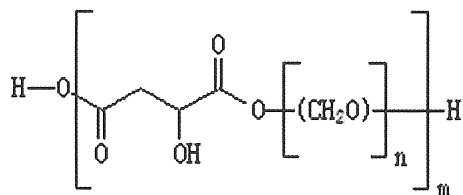


trong công thức (1), n là số nguyên từ 1 đến 10, m là số nguyên từ 1 đến 30.

Phương pháp điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học gồm các bước:

(a) điều chế hợp chất đa chức được biểu thị bằng công thức hóa học 1 bằng cách tiến hành phản ứng este hóa axit DL-malic và etylen glycol hoặc polyetylen glycol có khối lượng phân tử trung bình khối (Mw) từ 150-500 g/mol;

công thức 1



trong công thức (1), n là số nguyên từ 1 đến 10, m là số nguyên từ 1 đến 30

(b) điều chế sản phẩm phản ứng bằng cách tiến hành lần lượt các phản ứng transeste và phản ứng este hóa diol béo và axit đicarboxylic béo với sự có mặt của hợp chất đa chức ở bước (a); và

(c) điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo bằng cách tạo phản ứng trùng ngưng sản phẩm phản ứng được điều chế ở bước (b).

Mục đích của sáng chế không bị giới hạn bởi các mục đích đã đề cập bên trên. Mục đích của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng hơn thông qua phần mô tả chi tiết dưới đây và kết hợp với các phương án được mô tả trong phạm vi yêu cầu bảo hộ.

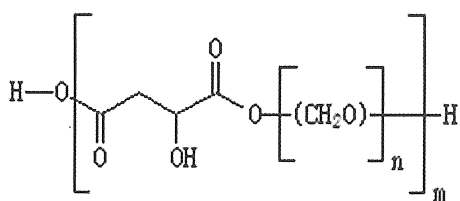
Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học theo sáng chế có thể tạo ra nhựa polyeste béo có khối lượng phân tử cao, cải thiện tốc độ phản ứng và giảm được nguy cơ gel hóa, có tính kinh tế ưu việt hơn so với nhựa polyeste béo thông thường bằng cách trộn hợp chất đa chức vào diol béo và axit dicarboxylic để tiến hành lần lượt các phản ứng este hóa, phản ứng transeste và phản ứng trùng ngưng.

Ngoài ra, chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học có ưu điểm thân thiện với môi trường khi được chôn lấp và phân hủy sinh học trong môi trường tự nhiên, đồng thời được cải thiện khả năng gia công, độ giãn dài và độ bền kéo so với nhựa polyeste béo thông thường do được pha trộn lượng thích hợp hợp chất đa chức chuỗi dài vào diol béo và axit dicarboxylic.

Cụ thể, chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học của sáng chế khác biệt ở chỗ thu được bằng cách tiến hành lần lượt các phản ứng este hóa, phản ứng transeste và phản ứng trùng ngưng diol béo và axit dicarboxylic với sự có mặt của hợp chất đa chức được biểu thị bằng công thức 1 bên dưới.

Công thức 1



Trong công thức (1), n là số nguyên từ 1 đến 10, m là số nguyên từ 1 đến 30

Các hợp chất đa chức có thể là chất xúc tác được cho vào phản ứng este hóa khi điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo. Hợp chất đa chức đóng vai trò là chất xúc tác phản ứng trong quá trình tổng hợp este hóa của nhựa polyeste béo nên có thể dễ dàng thu được nhựa polyeste béo có khối lượng phân tử trung bình số và khối lượng phân tử trung bình khối cao hơn so với phương pháp điều chế nhựa polyeste béo thông thường.

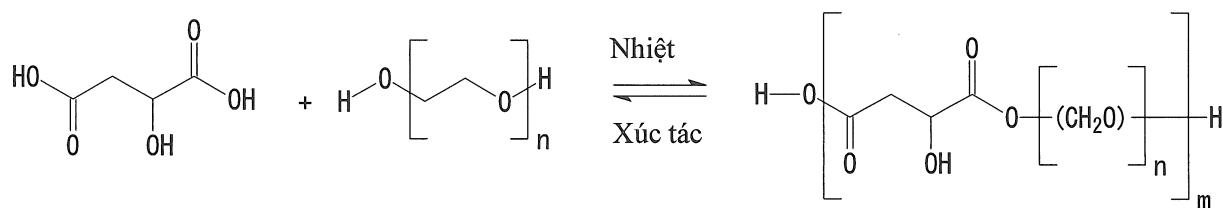
Ngoài ra, hợp chất đa chức cải thiện được tốc độ phản ứng nên có hiệu quả về

kinh tế, mang lại năng suất sản xuất cao hơn. Ngoài ra, ưu điểm của hợp chất đa chức là có khả năng phản ứng khác nhau do sự cản trở không gian của các cấu trúc phân tử khác nhau và các nhóm chức ở các vị trí khác nhau, do đó rất dễ xử lý và kiểm soát phản ứng. Nói cách khác, bằng cách sử dụng hợp chất đa chức là chất xúc tác phản ứng có thể cải thiện tốc độ phản ứng và giải quyết các vấn đề phát sinh như dễ bị gel hóa, khó kiểm soát phản ứng của hợp chất đa chức như axit xitric và glyxerol được sử dụng làm chất xúc tác phản ứng thông thường. Ngoài ra, bằng cách hình thành chuỗi phụ trong chuỗi chính, cấu trúc phân tử của nhựa polyeste béo không những giúp cải thiện độ bền kéo mà còn mở rộng sự phân bố khối lượng phân tử làm cho nhựa polyeste béo có thể đạt được khả năng gia công vượt trội.

Hợp chất đa chức có thể thu được từ phản ứng este hóa bằng cách trộn axit DL-Malic (DL-Malic acid), etylen glycol hoặc polyetylen glycol có khối lượng phân tử trung bình khối (Mw) 150-500 g/mol với tỷ lệ mol là 1:1-1:1,5, tốt hơn là 1:1,1-1:1,4, tốt hơn nữa là 1:1,15-1:1,3, và tốt nhất là 1:1,2. Tại thời điểm này, nếu vượt ra khỏi phạm vi tỷ lệ mol của axit DL-malic và etylen glycol hoặc polyetylen glycol thì không thể tổng hợp chính xác hợp chất đa chức được biểu thị bằng công thức 1 bên trên.

Hợp chất đa chức được điều chế theo sơ đồ phản ứng 1. Cụ thể hơn, hợp chất đa chức thu được từ phản ứng este hóa bằng việc trộn etylen glycol và axit DL-Malic (DL-Malic acid).

Sơ đồ phản ứng 1



Trong sơ đồ phản ứng 1, n là số nguyên từ 1 đến 10, m là số nguyên từ 1 đến 30

Hợp chất đa chức có thể trộn từ 0,1-3 g, tốt hơn là 0,8-2,5 g, tốt hơn nữa là 1-2 g, và tối nhất là 1-1,5 g trên mỗi mol axit dicarboxylic béo. Trong trường hợp khi khối lượng của hợp chất đa chức được trộn vào nhỏ hơn 0,1 g trên mỗi mol axit dicarboxylic béo thì phản ứng este hóa của axit dicarboxylic béo và diol axit béo không xảy ra hoàn toàn nên có thể làm chậm tốc độ phản ứng. Ngược lại, nếu khối lượng của hợp chất đa chức vượt quá 3 g thì tốc độ phản ứng có thể nhanh hơn nhưng

không xảy ra phản ứng este hóa kéo dài chuỗi mạch.

Axit dicarboxylic béo có thể là hợp chất được biểu thị bằng công thức hóa học 2 dưới đây:

Công thức 2



Trong công thức 2, n là số nguyên từ 1 đến 10, R là hydro hoặc nhóm methyl

Các ví dụ cụ thể của axit dicarboxylic béo có thể là ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm axit 1,4-xyclohexyldicarboxylic, axit sebaxic, axit azelic, axit suberic, axit pimelic, axit adipic, axit glutaric, axit succinic, axit malonic, axit oxalic và dẫn xuất este hóa của chúng. Cụ thể hơn là axit dicarboxylic béo có thể là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm axit adipic, axit succinic và axit sebaxic.

Các diol béo là các diol béo mạch vòng từ C_5 đến C_{15} , các diol béo mạch thẳng từ C_2 đến C_{12} và có thể là các hỗn hợp của chúng. Tốt hơn là, diol béo có thể là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm etylen glycol, 1,2-propandiol, 1,2-butandiol, 1,3-butandiol, 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol và 1,2-xyclohexandimetanol. Tốt nhất là, có thể sử dụng 1,4-butandiol, etylen glycol hoặc hỗn hợp của chúng để làm diol béo.

Axit dicarboxylic béo và diol béo có thể được trộn theo tỷ lệ mol 1:1,1-1,5, tốt hơn là 1: 1,15-1,4 mol, tốt hơn nữa là 1:1,15-1,3 mol, tốt nhất là 1:1,2-1,25. Lúc này, nếu tỷ lệ mol của axit dicarboxylic béo và diol béo nhỏ hơn 1:1,1 thì phản ứng este hóa và phản ứng transeste sẽ không diễn ra thuận lợi có thể gây ảnh hưởng xấu tới màu sắc của chế phẩm nhựa thu được. Ngược lại, nếu tỷ lệ mol vượt quá 1:1,5 chi phí sản xuất sẽ tăng về mặt giá thành do áp suất chân không bị giảm trong quá trình phản ứng dẫn tới giảm hiệu quả kinh tế.

Nhựa polyeste béo phân hủy sinh học có nhiệt độ nóng chảy từ 60-120°C, khối lượng phân tử trung bình số (average molecular weight: M_n) từ 30.000 đến 70.000, khối lượng phân tử trung bình khối (weight average molecular weight: M_w) từ 60.000 đến 250.000, chỉ số dòng chảy 1-30 g/10 phút ở mức tải trọng 2,16 kg ở nhiệt độ 190°C. Tốt hơn là nhiệt độ nóng chảy từ 85-118°C, khối lượng phân tử trung bình số (M_n) từ 42.000 đến 60.000, khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) từ 110.000 đến 170.000, và chỉ số dòng chảy 2-20 g/10 phút ở mức tải trọng 2,16 kg ở nhiệt độ 190°C.

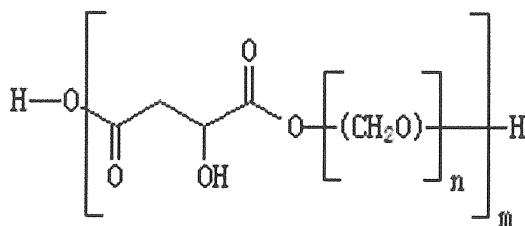
Tốt nhất là, nhựa có nhiệt độ nóng chảy từ 65-116°C, khối lượng phân tử trung bình số (Mn) từ 42.000 đến 53.000, khối lượng phân tử trung bình khối (Mw) từ 113.000 đến 160.100, và chỉ số dòng chảy 3-15 g/10 phút ở mức tải trọng 2,16 kg ở nhiệt độ 190°C.

Nhựa polyeste béo phân hủy sinh học cụ thể là poly (butylen adipat), poly (butylen suxinat), poly (butylen suxinat-co-butylen adipat), poly (butylen suxinat-co-butylen adipat-co-etylen suxinat-co-etylen adipat) và poly (butylen suxinat-co-etylen suxinat), và tương tự nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các chất này.

Mặt khác, phương pháp điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học theo sáng chế bao gồm các bước:

(a) điều chế hợp chất đa chức được biểu thị bằng công thức hóa học 1 bằng cách tạo phản ứng este hóa axit DL-malic và etylen glycol hoặc polyetylen glycol với khối lượng phân tử trung bình khối (Mw) từ 150-500 g/mol.

Công thức 1



Trong công thức 1, n là số nguyên từ 1 đến 10, m là số nguyên từ 1 đến 30

(b) điều chế sản phẩm phản ứng bằng cách tiến hành lần lượt phản ứng este hóa và phản ứng transeste hóa axit dicarboxylic béo và diol béo với sự có mặt của hợp chất đa chức ở bước (a), và

(c) điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo bằng cách cho phản ứng trùng ngưng sản phẩm phản ứng được điều chế ở bước (b).

Sau đây, phương pháp điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học sẽ được mô tả chi tiết theo từng bước.

Bước (a)

Bước (a) là bước điều chế hợp chất đa chức được biểu thị ở công thức 1 bằng cách phản ứng este hóa axit DL-malic và etylen glycol hoặc polyetylen glycol với khối lượng phân tử trung bình khối (Mw) 150-500 g/mol. Cụ thể là, bước (a) có thể tạo hợp

chất đa chức được biểu thị ở công thức 1 bằng cách phản ứng este hóa axit DL-malic và etylen glycol hoặc polyetylen glycol có khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) 150-500 g/mol với tỷ lệ mol 1:1,1 đến 1:1,5 với sự có của chất xúc tác ở nhiệt độ 180-210°C trong 60-260 phút.

Phản ứng este hóa ở bước (a) được tiến hành bằng cách thêm axit DL-malic và etylen glycol hoặc polyetylen glycol có khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) 150-500 g/mol vào lò phản ứng được trang bị tháp hồi lưu và sau đó tăng dần nhiệt độ trong khi khuấy để este hóa. Tại thời điểm này, nhiệt độ cuối cùng tăng đến 180-210°C và thời gian phản ứng là khoảng 60-260 phút khi phản ứng este hóa, tốt hơn là từ 90-240 phút ở nhiệt độ 185-205°C, tốt hơn nữa là từ 110-200 phút ở nhiệt độ 190-200°C, tốt nhất là trong khoảng 120-180 phút ở nhiệt độ 200°C. Nếu nhiệt độ cuối cùng tăng thấp hơn 180°C hoặc thời gian phản ứng dưới 60 phút thì phản ứng este hóa sẽ không được diễn ra thuận lợi. Ngược lại, nếu nhiệt độ cuối cùng tăng cao hơn 210°C và thời gian phản ứng vượt quá 260 phút thì etylen glycol bị đun sôi và bay hơi làm cho tỷ lệ mol của phản ứng mất cân bằng nên sẽ không thể thu được hợp chất đa chức chất lượng cao do sự phân hủy nhiệt của sản phẩm thu được.

Chất xúc tác được sử dụng trong bước (a) có thể sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp, nhưng sáng chế không giới hạn ở các hợp chất thuộc nhóm bao gồm monobutyl thiếc oxit, titan propoxit và tetrabutyl titanat. Hàm lượng chất xúc tác là 0,01-0,2 g, tốt hơn là 0,01-0,05 g được thêm vào trên mỗi mol axit DL-malic và lượng nước lý thuyết được xả ra hoàn toàn trong khi duy trì nhiệt độ của lò phản ứng ở 180-210°C để thu được hợp chất đa chức.

Bước (b)

Bước (b) có thể là bước điều chế sản phẩm phản ứng bằng cách trộn diol béo và axit dicarboxylic với hợp chất đa chức ở bước (a) rồi tiến hành lần lượt các phản ứng este hóa, phản ứng transeste. Tốt hơn là, bước (b) là bước điều chế sản phẩm phản ứng bằng cách trộn diol béo và axit dicarboxylic béo theo tỷ lệ mol 1:1,1 đến 1:1,5 với hợp chất đa chức ở bước (a) rồi tiến hành lần lượt các phản ứng este hóa, phản ứng transeste ở 185-210°C. Tại thời điểm này, nhiệt độ thích hợp để thực hiện là khoảng 185-205°C, tốt hơn là khoảng 190-200°C, tốt nhất là ở nhiệt độ 200°C. Nếu nhiệt độ dưới 185°C thì phản ứng transeste và phản ứng este hóa sẽ không xảy ra hoàn toàn,

ngược lại nếu nhiệt độ cao hơn 210°C thì sản phẩm thu được từ phản ứng có thể bị nhiệt phân.

Bước (b) có thể còn bao gồm chất xúc tác được thêm vào ở đầu hoặc cuối quá trình của phản ứng este hóa và phản ứng transeste. Cụ thể là, chất xúc tác có thể sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp, nhưng không giới hạn ở các hợp chất thuộc nhóm bao gồm titan isopropoxit, canxi axetat, antimon trioxit, đibutyl thiếc oxit, antimon axetat, tetrabutyl titanat và tetrapropyl titanat.

Chất xúc tác có thể được trộn theo tỷ lệ 0,01-0,5 g, tốt hơn là 0,03-0,2 g, tốt nhất là 0,1 g trên mỗi mol axit dicarboxylic béo. Trong trường hợp hàm lượng chất xúc tác dưới 0,01 g thì tốc độ phản ứng của phản ứng este hóa và phản ứng transeste bị chậm lại làm cho phản ứng không thể xảy ra hoàn toàn. Ngược lại, nếu hàm lượng chất xúc tác vượt quá 0,5 g thì có thể phát sinh phản ứng phụ và tốc độ phản ứng nghịch tăng làm giảm tính chất vật lý và làm thay đổi màu sắc của chất phản ứng.

Bước (b) còn có thể bao gồm bổ sung chất ổn định vào đầu hoặc cuối quá trình của phản ứng este hóa và phản ứng transeste. Chất ổn định có thể sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp, nhưng không bị giới hạn ở các hợp chất thuộc nhóm bao gồm trimetyl phosphat, axit photphoric, và triphenyl phosphat.

Chất ổn định có thể được trộn với hàm lượng từ 0,01-0,5 g, tốt hơn là 0,03-0,2 g, tốt nhất là 0,1 g trên mỗi mol axit dicarboxylic béo. Trong trường hợp hàm lượng chất ổn định dưới 0,01 g thì phản ứng transeste và phản ứng este hóa không thể xảy ra hoàn toàn. Ngược lại, nếu hàm lượng chất xúc tác vượt quá 0,5 g thì tốc độ và quá trình phản ứng bị chậm lại, không thể thu đủ chế phẩm nhựa polyeste béo có khối lượng phân tử cao.

Bước (c)

Bước (c) là bước điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo bằng cách cho phản ứng trùng ngưng sản phẩm phản ứng được điều chế ở bước (b). Điều kiện thích hợp có thể điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo là cho phản ứng trùng ngưng sản phẩm phản ứng điều chế ở bước (b) trong 150-240 phút, áp suất chân không 0,1-2 torr (13,33-266,64 Pa) và nhiệt độ $235-250^{\circ}\text{C}$. Tại thời điểm này, phản ứng trùng ngưng có thể được tiến hành ở áp suất chân không dưới 2 torr (266,64 Pa) và nhiệt độ $235-250^{\circ}\text{C}$, tốt hơn là 0,1-2 torr (13,33-266,64 Pa) ở nhiệt độ $240-245^{\circ}\text{C}$, tốt nhất là 1-1,5 torr (133,3-200 Pa)

ở 245°C. Nếu điều kiện nhiệt độ và chân không của phản ứng không được thỏa mãn thì phản ứng trùng ngưng có thể không được diễn ra hoàn toàn hoặc sản phẩm thu được có thể bị phân hủy do nhiệt độ cao và quá trình oxy hóa.

Ngoài ra, theo sáng chế còn có thể bổ sung chất phụ gia phổ biến trong lĩnh vực kỹ thuật tương ứng tùy theo nhu cầu cải thiện tính năng khi điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học hoặc có thể thêm vào sau bước (c) khi trộn bằng máy trộn và máy đùn trực vít đôi.

Cụ thể hơn là, chất phụ gia có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp bởi các hợp chất thuộc nhóm bao gồm chất chống oxy hóa, chất ổn định UV và chất bôi trơn.

Chất chống oxy hóa tốt nhất được sử dụng là chất chống oxy hóa gốc phenol, cụ thể hơn là có thể sử dụng chuỗi Adeka stab AO, chuỗi Irgafos và hỗn hợp của chúng, có thể được trộn khoảng 0,1-1,0 phần khối lượng dựa trên 100 phần khối lượng của chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học.

Chất ổn định UV có thể sử dụng hợp chất gốc HALS thuộc nhóm amin và có thể được trộn khoảng 0,1-0,8 phần khối lượng dựa trên 100 phần khối lượng của chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học.

Chất bôi trơn có thể sử dụng sáp PE gốc amit, có thể trộn 0,1-1,0 phần khối lượng dựa trên 100 phần khối lượng của chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học.

Như vậy, nhựa polyeste béo phân hủy sinh học được điều chế theo các bước trên có nhiệt độ nóng chảy 60-120°C, khối lượng phân tử trung bình số (M_n) 30.000-70.000, khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) 60.000-250.000, chỉ số dòng chảy 1-30 g/10 phút với tải trọng 2,16 kg ở nhiệt độ 190°C.

Nhựa polyeste béo phân hủy sinh học cụ thể là poly (butylen adipat), poly (butylen suxinat), poly (butylen suxinat-co-butylen adipat), poly (butylen suxinat-co-butylen adipat-co-etylen suxinat-co-etylen adipat) và poly (butylen suxinat-co-etylen suxinat), và không bị giới hạn ở các chất này.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học theo sáng chế được điều chế bằng cách trộn hợp chất đa chức với axit dicarboxylic béo và diol béo rồi tiến hành lần

lượt các phản ứng este hóa, phản ứng transeste và phản ứng trùng ngưng, có thể tạo ra nhựa polyeste béo khối lượng phân tử cao, cải thiện tốc độ phản ứng, giảm nguy cơ bị gel hóa và có hiệu quả kinh tế vượt trội hơn so với nhựa polyeste béo thông thường.

Ngoài ra, chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học theo sáng chế được điều chế bằng cách trộn lượng thích hợp hợp chất đa chức chuỗi dài với axit dicarboxylic béo và diol béo có ưu điểm thân thiện với môi trường khi phân hủy sinh học trong môi trường tự nhiên, đồng thời còn được nâng cao khả năng gia công, độ giãn dài và độ bền kéo so với nhựa polyeste béo thông thường.

Hiệu quả của sáng chế không giới hạn ở các hiệu quả được đề cập bên trên. Cần hiểu rằng hiệu quả của sáng chế bao gồm tất cả các hiệu quả được suy ra từ các mô tả sau đây.

Mô tả chi tiết sáng chế

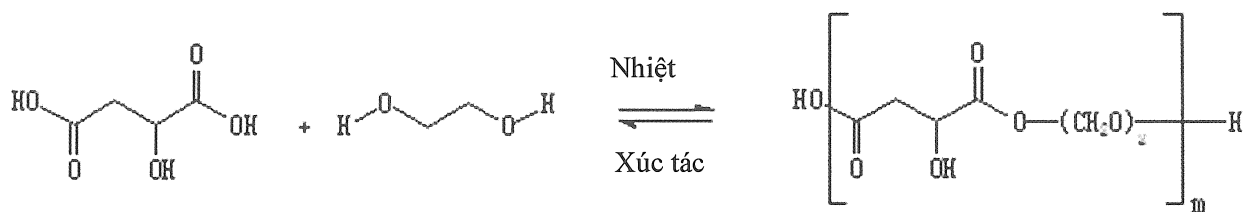
Các đối tượng, đặc điểm, mục đích khác của sáng chế có thể được hiểu dễ dàng thông qua các phương án ưu tiên kết hợp với các hình vẽ kèm theo. Tuy nhiên, sáng chế có thể được thể hiện bằng các hình thức khác và không bị giới hạn ở các phương án này. Ngược lại, các phương án được đưa ra ở đây nhằm hoàn thiện đầy đủ nội dung được mô tả và truyền tải trọn vẹn nguyên lý kỹ thuật của sáng chế cho những người có hiểu biết trung bình trong cùng lĩnh vực.

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết thông qua các ví dụ thực hiện sau đây, tuy nhiên sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ này.

Ví dụ điều chế: điều chế hợp chất đa chức

Bình cầu 500 ml được bơm nitơ, cho 74,48 g etylen glycol, 134,08 g axit DL-malic và 0,01 g chất xúc tác monobutyl thiếc oxit vào rồi tiến hành phản ứng este hóa ở nhiệt độ 200°C trong 2 giờ. Khi thấy xuất hiện 2 mol nước ngưng tụ theo lý thuyết là sản phẩm phụ của phản ứng thì cho dừng phản ứng, và xác nhận đã hoàn thành phản ứng điều chế hợp chất đa chức. Quá trình điều chế hợp chất đa chức được thể hiện ở sơ đồ phản ứng 2 dưới đây.

Sơ đồ phản ứng 2



Trong sơ đồ phản ứng 2, m là số nguyên từ 1 đến 30

Ví dụ 1

Trong lò phản ứng 100 L đã được bơm nitơ, cho 300 g hợp chất đa chức thu được ở ví dụ điều chế, 22,53 kg 1,4-butandiol và 29,23 kg axit adipic vào, sau đó vừa khuấy vừa tăng dần nhiệt độ lò phản ứng, sau khi nhiệt độ cuối cùng được cố định ở 200°C thì nước được ngưng tụ. Tại thời điểm này, bổ sung thêm 10 g dibutyl thiếc oxit và 10 g titan isopropoxit làm chất xúc tác, và 20 g chất ổn định trimetyl phosphat. Sau khi lượng nước lý thuyết được tạo ra, tiếp tục tăng nhiệt độ rồi tiến hành phản ứng trùng ngưng ở nhiệt độ 245°C dưới điều kiện giảm áp 1,5 torr (200 Pa) trong 220 phút để thu được chế phẩm nhựa polyester béo phân hủy sinh học.

Ví dụ 2

Trong lò phản ứng 100 L đã được bơm nitơ, cho 200 g hợp chất đa chức thu được ở ví dụ điều chế, 22,53 kg 1,4-butandiol và 23,62 kg axit succinic (succinic acid), sau đó vừa khuấy vừa tăng dần nhiệt độ lò phản ứng, sau khi nhiệt độ cuối cùng được cố định ở 195°C thì nước ngưng tụ. Tại thời điểm này, bổ sung thêm 4 g dibutyl thiếc oxit và 16 g titan isopropoxit làm chất xúc tác, và 20 g chất ổn định trimetyl phosphat. Sau khi lượng nước lý thuyết được tạo ra, tiếp tục tăng nhiệt độ rồi tiến hành phản ứng trùng ngưng ở nhiệt độ 245°C dưới điều kiện giảm áp 1,5 torr (200 Pa) trong 183 phút để thu được chế phẩm nhựa polyester béo phân hủy sinh học.

Ví dụ 3

Trong lò phản ứng 100 L đã được bơm nitơ, cho 200 g hợp chất đa chức thu được ở ví dụ điều chế, 22,53 kg 1,4-butandiol, 4,38 kg axit adipic (adipic acid), và 20,07 kg axit succinic, sau đó vừa khuấy vừa tăng dần nhiệt độ lò phản ứng, sau khi nhiệt độ cuối cùng được cố định ở 205°C thì nước ngưng tụ. Tại thời điểm này, bổ sung thêm 5 g dibutyl thiếc oxit, 10 g titan isopropoxit và 5 g antimon trioxit làm chất xúc tác, và 18 g chất ổn định trimetyl phosphat. Sau khi lượng nước lý thuyết được tạo

ra, tiếp tục tăng nhiệt độ rồi tiến hành phản ứng trùng ngưng ở nhiệt độ 240°C dưới điều kiện giảm áp 1,5 torr (200 Pa) trong 208 phút để thu được chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học.

Ví dụ 4

Trong lò phản ứng 100 L đã được bơm nitơ, cho 250 g hợp chất đa chức thu được ở ví dụ điều chế, 0,3 kg etylen glycol, 22,08 kg 1,4-butandiol, 0,88 kg axit adipic (adipic acid), và 22,91 kg axit succinic, sau đó vừa khuấy vừa tăng dần nhiệt độ lò phản ứng, sau khi nhiệt độ cuối cùng được cố định ở 200°C thì nước ngưng tụ. Tại thời điểm này, bổ sung thêm 5 g dibutyl thiếc oxit và 15 g titan isopropoxit làm chất xúc tác, và 20 g chất ổn định trimetyl phosphat. Sau khi lượng nước lý thuyết được tạo ra, tiếp tục tăng nhiệt độ rồi tiến hành phản ứng trùng ngưng ở nhiệt độ 240°C dưới điều kiện giảm áp 1,5 torr (200 Pa) trong 212 phút để thu được chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học.

Ví dụ 5

Trong lò phản ứng 100 L đã được bơm nitơ, cho 230 g hợp chất đa chức thu được ở ví dụ điều chế, 0,75 kg etylen glycol, 21,4 kg 1,4-butandiol và 23,62 kg axit succinic (succinic acid), sau đó vừa khuấy vừa tăng dần nhiệt độ lò phản ứng, sau khi nhiệt độ cuối cùng được cố định ở 195°C thì nước ngưng tụ. Tại thời điểm này, bổ sung thêm 4 g dibutyl thiếc oxit và 16 g titan isopropoxit làm chất xúc tác, và 20 g chất ổn định trimetyl phosphat. Sau khi lượng nước lý thuyết được tạo ra, tiếp tục tăng nhiệt độ rồi tiến hành phản ứng trùng ngưng ở nhiệt độ 245°C dưới điều kiện giảm áp 1,5 torr (200 Pa) trong 198 phút để thu được chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học.

Ví dụ so sánh 1

Trong lò phản ứng 100 L đã được bơm nitơ, cho 22,53 kg 1,4-butandiol và 29,23 kg axit adipic, sau đó vừa khuấy vừa tăng dần nhiệt độ lò phản ứng, sau khi nhiệt độ cuối cùng được cố định ở 200°C thì nước ngưng tụ. Tại thời điểm này, bổ sung thêm 10 g dibutyl thiếc oxit và 10 g titan isopropoxit làm chất xúc tác, và 20 g chất ổn định trimetyl phosphat. Sau khi lượng nước lý thuyết được tạo ra, tiếp tục tăng nhiệt độ rồi tiến hành phản ứng trùng ngưng ở nhiệt độ 245°C dưới điều kiện giảm áp 1,5 torr (200 Pa) trong 430 phút để thu được chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học.

Ví dụ so sánh 2

Trong lò phản ứng 100 L đã được bơm nitơ, cho 22,53 kg 1,4-butandiol và 23,62 kg axit succinic (succinic acid), sau đó vừa khuấy vừa tăng dần nhiệt độ lò phản ứng, sau khi nhiệt độ cuối cùng được cố định ở 195°C thì nước ngưng tụ. Tại thời điểm này, bổ sung thêm 4 g đibutyl thiếc oxit và 16 g titan isopropoxit làm chất xúc tác, và 20 g chất ổn định trimetyl phosphat. Sau khi lượng nước lý thuyết được tạo ra, tiếp tục tăng nhiệt độ rồi tiến hành phản ứng trùng ngưng ở nhiệt độ 245°C dưới điều kiện giảm áp 1,5 torr (200 pa) trong 368 phút để thu được chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học.

Ví dụ so sánh 3

Trong lò phản ứng 100 L đã được bơm nitơ, cho 22,53 kg 1,4-butandiol, 4,38 kg axit adipic (adipic acid) và 20,07 kg axit succinic (succinic acid), sau đó vừa khuấy vừa tăng dần nhiệt độ lò phản ứng, sau khi nhiệt độ cuối cùng được cố định ở 205°C thì nước ngưng tụ. Tại thời điểm này, cho thêm 5 g đibutyl thiếc oxit, 10 g titan isopropoxit và 5 g antimon trioxit làm chất xúc tác, và 18 g chất ổn định trimetyl phosphat. Sau khi lượng nước lý thuyết được tạo ra, tiếp tục tăng nhiệt độ rồi tiến hành phản ứng trùng ngưng ở nhiệt độ 240°C dưới điều kiện giảm áp 1,5 torr (200 Pa) trong 388 phút và thu được chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học.

Ví dụ so sánh 4

Trong lò phản ứng 100 L đã được bơm nitơ, cho 0,3 kg etylen glycol, 22,08 kg 1,4-butandiol, 0,88 kg axit adipic (adipic acid) và 22,91 kg axit succinic (succinic acid), sau đó vừa khuấy vừa tăng dần nhiệt độ lò phản ứng, sau khi nhiệt độ cuối cùng được cố định ở 200°C thì nước ngưng tụ. Tại thời điểm này, bổ sung thêm 5 g đibutyl thiếc oxit và 15 g titan isopropoxit làm chất xúc tác, và 20 g chất ổn định trimetyl phosphat. Sau khi lượng nước lý thuyết được tạo ra, tiếp tục tăng nhiệt độ rồi tiến hành phản ứng trùng ngưng ở nhiệt độ 240°C dưới điều kiện giảm áp 1,5 torr (200 Pa) trong 402 phút để thu được chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học.

Ví dụ so sánh 5

Trong lò phản ứng 100 L đã được bơm nitơ, cho 0,75 kg etylen glycol, 21,4 kg 1,4-butandiol, và 23,62 kg axit succinic (succinic acid), sau đó vừa khuấy vừa tăng dần

nhệt độ lò phản ứng, sau khi nhiệt độ cuối cùng được cố định ở nhiệt độ 195°C thì nước ngưng tụ. Tại thời điểm này, cho thêm 4 g dibutyl thiếc oxit và 16 g titan isopropoxit làm chất xúc tác, và 20 g chất ổn định trimetyl phosphat. Sau khi lượng nước lý thuyết được tạo ra, tiếp tục tăng nhiệt độ rồi tiến hành phản ứng trùng ngưng ở nhiệt độ 245°C dưới điều kiện giảm áp 1,5 torr (200 Pa) trong 370 phút để thu được chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học.

Ví dụ thí nghiệm 1: Đo chỉ số dòng chảy và điểm nóng chảy, khối lượng phân tử

Các chế phẩm nhựa được điều chế trong các ví dụ từ 1-5 và ví dụ so sánh 1-5 được đánh giá bằng phương pháp sau đây để xác định chỉ số dòng chảy, điểm nóng chảy, khối lượng phân tử trung bình khối và khối lượng phân tử trung bình số. Kết quả được thể hiện trong bảng 1 bên dưới.

Phương pháp đánh giá

(1) Khối lượng phân tử trung bình khối và khối lượng phân tử trung bình số

Khối lượng phân tử trung bình khối và khối lượng phân tử trung bình số được đo bằng phương pháp phân tích sắc ký thẩm thấu gel ở nhiệt độ 35°C và sử dụng thiết bị được trang bị cột sắc ký chứa đầy polystyren. Tại thời điểm này, dung môi khai triển là chloroform, nồng độ mẫu 5 mg/mL, tốc độ dòng chảy dung môi được thực hiện với tốc độ 1,0 mL/phút.

(2) Điểm nóng chảy

Điểm nóng chảy được đo bằng cách sử dụng nhiệt lượng kế quét vi sai ở nhiệt độ từ 20°C-200°C với tốc độ tăng nhiệt độ là 10°C mỗi phút trong môi trường nitơ.

(3) Chỉ số dòng chảy

Chỉ số dòng chảy được đo trong điều kiện 190°C, 2,160 g theo tiêu chuẩn ASTM D1238.

Bảng 1

Loại	Khối lượng phân tử trung bình số (g/mol)	Khối lượng phân tử trung bình khối (g/mol)	Điểm nóng chảy (°C)	Chỉ số dòng chảy (g/10 phút)	Thời gian phản ứng (phút)
Ví dụ 1	42.850	113.835	65	12,3	220

Ví dụ 2	52.100	144.800	115,2	3,2	183
Ví dụ 3	47.420	149.200	95	8,7	208
Ví dụ 4	50.230	160.100	110	4,8	212
Ví dụ 5	49.600	150.300	110,3	6,1	198
Ví dụ so sánh 1	18.345	47.285	65,2	83	430
Ví dụ so sánh 2	27.822	80.124	115,4	61	368
Ví dụ so sánh 3	24.011	68.240	94,2	75	388
Ví dụ so sánh 4	25.331	63.400	110,4	65	402
Ví dụ so sánh 5	26.285	78.993	110,3	62	370

Như kết quả được thể hiện trong bảng 1, đã xác nhận rằng ngay cả trong thời gian phản ứng ngắn, khối lượng phân tử trung bình khối và khối lượng phân tử trung bình số ở các ví dụ 1-5 cao hơn đáng kể so với các ví dụ so sánh 1-5. Ngoài ra, chỉ số dòng chảy ở các ví dụ 1-5 thấp hơn so với các ví dụ so sánh 1-5, điều này thấy rằng khả năng ép đùn được cải thiện.

Ngược lại, trong các ví dụ so sánh 1-4, thời gian phản ứng trùng ngưng kéo dài do không có hợp chất đa chức, có thể thấy rằng tất cả khối lượng phân tử trung bình số và khối lượng phân tử trung bình khối thấp hơn so với các ví dụ 1-5, chỉ số dòng chảy rất cao nên có thể suy đoán khả năng ép đùn bị giảm. Ngoài ra, ở ví dụ so sánh 5 khối lượng phân tử trung bình số và khối lượng phân tử trung bình khối giảm đáng kể so với ví dụ 5 dù được trộn hợp chất đa chức, thời gian phản ứng tăng lên do thời gian tiến hành phản ứng trùng ngưng kéo dài.

Ví dụ thí nghiệm 2: Đánh giá tính chất cơ học

Các chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học được điều chế theo các ví dụ 1-5 và các ví dụ so sánh 1-5 được đánh giá bằng phương pháp sau đây để kiểm tra tính chất cơ học như khả năng gia công và phân hủy sinh học, độ giãn dài, và độ bền kéo. Các kết quả được thể hiện ở bảng 2 bên dưới.

Phương pháp đánh giá

Mẫu đo được thực hiện bằng cách dùng máy thổi màng có đường kính trục vít 50

mm, khe hở miệng khuôn 2,2 mm, đường kính khuôn 100 mm để tạo màng có độ dày 25 μm với tỷ lệ giãn nở từ 2 đến 1.

(1) Độ giãn dài và độ bền kéo

Độ giãn dài và độ bền kéo được đo bằng máy thử nghiệm vạn năng (universal test machine) bằng cách chuẩn bị mẫu thử theo tiêu chuẩn ASTM D638

(2) Đánh giá độ phân hủy

Thu mẫu được tạo theo phương pháp trên sau 12 tháng chôn lấp ở độ sâu 30 cm so với mặt đất rồi tiến hành đo bằng phương pháp giảm trọng lượng.

(3) Khả năng gia công

Khả năng gia công được đánh giá thông qua việc quan sát bằng trực quan sự xuất hiện nếp nhăn và độ ổn định lỗ khí khi chế tạo màng. Trạng thái của màng là tiêu chuẩn đánh giá khả năng gia công được biểu thị $\circ$ là trạng thái tốt, Δ trung bình, và X là kém.

Bảng 2

Loại	Độ bền kéo (kgf/cm ²)	Tỷ lệ nở (%)	Độ phân hủy sinh học (%)	Khả năng gia công
Ví dụ 1	312	250	83,2	$\circ$
Ví dụ 2	360	225	75,3	$\circ$
Ví dụ 3	326	300	82,1	$\circ$
Ví dụ 4	334	275	78,3	$\circ$
Ví dụ 5	340	200	76,4	$\circ$
Ví dụ so sánh 1	186	180	88,3	X
Ví dụ so sánh 2	220	100	78,7	Δ
Ví dụ so sánh 3	192	200	85,2	X
Ví dụ so sánh 4	208	175	80,2	Δ
Ví dụ so sánh 5	204	125	78,3	Δ
Tiêu chuẩn đánh giá khả năng gia công: Tốt $\circ$, Trung bình Δ , Kém X				

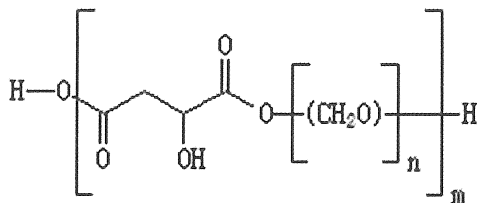
Theo kết quả được thể hiện trong bảng 2, chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học trong các ví dụ 1-5 có các tính chất cơ học như độ bền kéo, độ giãn dài và khả năng gia công được cải thiện đáng kể so với các ví dụ so sánh 1-5, đồng thời trong kết quả kiểm tra độ phân hủy sinh học cũng cho thấy khả năng phân hủy sinh học vượt trội hơn.

Ngược lại, chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học trong ví dụ so sánh 1-5 có thể có khả năng phân hủy sinh học tốt đạt trên 78% nhưng độ bền kéo và độ giãn dài giảm đáng kể, khả năng gia công cũng được nhận định không đạt tiêu chuẩn tốt mà chỉ ở mức trung bình.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm nhựa polyester béo phân hủy sinh học, khác biệt ở chỗ, được điều chế bằng cách tiến hành lần lượt các phản ứng este hóa, phản ứng transeste và phản ứng trùng ngưng diol béo và axit dicarboxylic béo với sự có mặt của hợp chất đa chức được biểu thị bằng công thức 1 dưới đây:

công thức 1



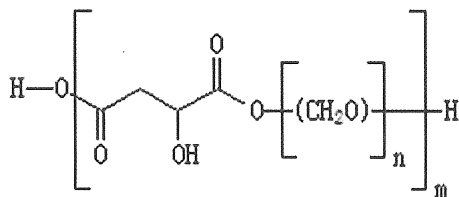
trong công thức (1), n là số nguyên từ 1 đến 10, m là số nguyên từ 1 đến 30.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó hợp chất đa chức thu được bằng phản ứng este hóa hỗn hợp axit DL-malic và etylen glycol hoặc polyetylen glycol có khối lượng phân tử trung bình khối (Mw) 150-500 g/mol theo tỷ lệ mol 1:1 đến 1:1,5.
3. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó hợp chất đa chức được trộn theo tỷ lệ 0,1-3 g trên mỗi mol axit dicarboxylic béo.
4. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó axit dicarboxylic béo có thể sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp của các chất trong nhóm bao gồm axit oxalic, axit malonic, axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit pimelic, axit suberic, axit azelic, axit sebacic, axit 1,4-xyclohexyldicarboxylic và các dẫn xuất este hóa của chúng.
5. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó diol béo có thể sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp các hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm etylen glycol, 1,2-propandiol, 1,2-butandiol, 1,3-butandiol, 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol và 1,2-xyclohexandimetanol.
6. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó dicarboxylic béo và diol béo được trộn với tỷ lệ mol 1:1,1-1,5.
7. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó chế phẩm có nhiệt độ nóng chảy từ 60-120°C, khối lượng phân tử trung bình số (Mn) từ 30.000 đến 70.000, khối lượng phân tử trung bình khối (Mw) từ 60.000 đến 250.000, chỉ số dòng chảy 1-30 g/10 phút với tải trọng 2,16 kg ở nhiệt độ 190°C.

8. Phương pháp điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo phân hủy sinh học gồm các bước:

(a) điều chế hợp chất đa chức được biểu thị bằng công thức 1 bằng cách tiến hành phản ứng este hóa axit DL-malic và etylen glycol hoặc polyetylen glycol có khối lượng phân tử trung bình khối (Mw) từ 150 đến 500 g/mol;

công thức 1



trong công thức (1), n là số nguyên từ 1 đến 10, m là số nguyên từ 1 đến 30;

(b) điều chế sản phẩm phản ứng bằng cách tiến hành lần lượt các phản ứng transeste và phản ứng este hóa diol béo và axit dicarboxylic béo với sự có mặt của hợp chất đa chức ở bước (a); và

(c) điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo bằng cách tạo phản ứng trùng ngưng sản phẩm phản ứng được điều chế ở bước (b).

9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó:

(a) điều chế hợp chất đa chức được biểu thị bằng công thức hóa học 1 bằng cách tiến hành phản ứng este hóa với tỷ lệ mol 1:1-1:1,5 giữa axit DL-malic và etylen glycol hoặc polyetylen glycol với khối lượng phân tử trung bình khối (Mw) 150-500 g/mol với sự có mặt của chất xúc tác ở nhiệt độ 180~210°C trong 60-260 phút;

(b) điều chế sản phẩm phản ứng bằng cách trộn diol béo và axit dicarboxylic béo với tỷ lệ mol 1:1,1-1:1,5 với sự có mặt của hợp chất đa chức thu được ở bước (a) rồi tiến hành lần lượt các phản ứng este hóa và phản ứng transeste ở nhiệt độ 185-210°C; và

(c) điều chế chế phẩm nhựa polyeste béo bằng cách tạo phản ứng trùng ngưng sản phẩm phản ứng thu được ở bước (b) dưới điều kiện áp suất chân không 0,1-2 torr (13,33-266,64 Pa) ở nhiệt độ 235-250°C trong 150-240 phút.

10. Phương pháp theo điểm 9, trong bước (a) chất xúc tác có ít nhất một chất được

chọn từ nhóm bao gồm monobutyl thiếc oxit, titan propoxit và tetrabutyl titanat.

11. Phương pháp theo điểm 8, trong bước (b) chất xúc tác được thêm vào đầu hoặc cuối phản ứng este hóa hoặc phản ứng transeste hóa có ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm titan isopropoxit, canxi axetat, antimon trioxit, đibutyl thiếc oxit, antimon axetat và tetrapropyl titanat.

12. Phương pháp theo điểm 8, trong đó nhựa polyeste béo phân hủy sinh học có nhiệt độ nóng chảy từ 60 đến 120°C, khối lượng phân tử trung bình số (M_n) 30.000 đến 70.000, khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) từ 60.000 đến 250.000, chỉ số dòng chảy 1~30 g/10 phút với tải trọng 2,16 kg ở nhiệt độ 190°C.