



(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)



1-0029673

(51)⁷ C08L 67/03; C08K 3/04; C08K 5/10

(13) B

(21) 1-2014-00917

(22) 25/09/2012

(86) PCT/JP2012/074506 25/09/2012

(87) WO 2013/047492 A1 04/04/2013

(30) 2011-212495 28/09/2011 JP

(45) 25/10/2021 403

(43) 25/07/2014 316A

(73) DIC CORPORATION (JP)

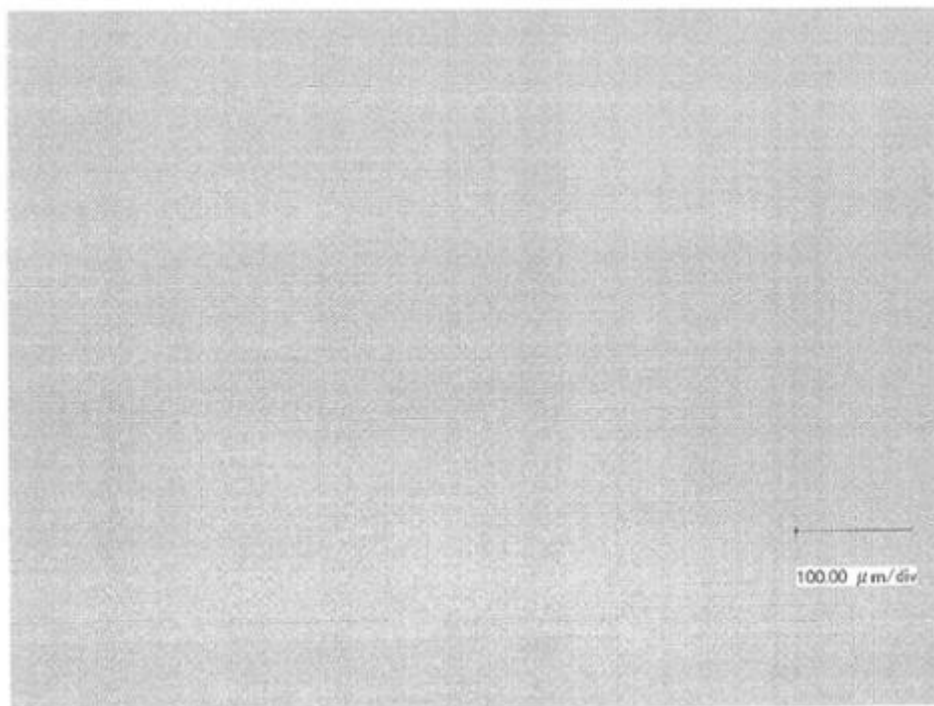
35-58, Sakashita 3-Chome, Itabashi-ku, Tokyo 1748520, Japan

(72) YAMAGUCHI Hirofumi (JP); YASUI Yoshiaki (JP).

(74) Văn phòng Luật sư A Hoà (AHOA LAW OFFICE)

(54) CHẾ PHẨM CHẤT TẠO MÀU, CHẾ PHẨM NHỰA POLYESTE THƠM, SẢN PHẨM ĐÚC VÀ CHẤT HÓA ĐỎ DỪNG CHO NHỰA POLYESTE THƠM

(57) Sáng chế đề xuất chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm, trong đó chất hóa dẻo có độ bền nhiệt ưu việt như có khả năng chịu được quá trình nhào trộn nóng chảy với nhựa polyeste thơm, cải thiện tính chất dễ bung ra (tính chất giải kết tụ) của chất màu trong chế phẩm chứa hàm lượng chất màu cao, và có thể ngăn chặn sự hình thành các hạt thô, ví dụ như, vật liệu chưa giải kết tụ. Sáng chế còn đề xuất chế phẩm chất tạo màu chứa nhựa polyeste thơm, chất màu, và chất phụ gia trên cơ sở este, trong đó chất phụ gia trên cơ sở este là este alkyl axit polycarboxylic thơm và mạch alkyl của este alkyl là nhóm alkyl mạch thẳng có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 26.



Lĩnh vực kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất chế phẩm chất tạo màu chứa nhựa polyeste thơm, chất màu, và chất phụ gia trên cơ sở este, chế phẩm nhựa polyeste thơm được sản xuất bằng cách sử dụng chế phẩm chất tạo màu, sản phẩm đúc bằng chế phẩm nhựa polyeste đó, và chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các nhựa polyeste thơm có đặc tính cơ học, độ bền nhiệt, độ bền hóa học và tương tự ưu việt và, do đó, đã và đang được sử dụng trong các ứng dụng sản phẩm đúc, ví dụ như, sợi, màng, vật chứa, và tương tự. Nói chung, các loại chất dẻo, ví dụ như, các nhựa polyeste thơm, được tạo màu nhằm mục đích cải thiện nhiều tính chất khác nhau, ví dụ như, khả năng trang trí, của các sản phẩm đúc, và các chất tạo màu dưới nhiều dạng khác nhau được sử dụng trong các giai đoạn đúc phun và đúc áp lực (ép đùn). Các chất tạo màu là các thành phần tạo màu trong đó các chất trợ phân tán được thêm vào chất màu và phẩm màu hoặc các thành phần tạo màu được sản xuất bằng cách thêm nhựa vào chất màu và phẩm màu một cách đơn giản bằng cách trộn hoặc nhào trộn nóng chảy (melt kneading). Các thành phần tạo màu thay đổi khác nhau tùy theo các mục đích ứng dụng và loại chất dẻo.

Đối với các chất tạo màu được mô tả trên đây, các chế phẩm chất tạo màu, ví dụ như, các chất tạo màu dạng bột, thường được gọi là màu khô, các chất tạo màu dạng lỏng, thường được gọi là màu lỏng, và các chất tạo màu dạng hạt, thường được gọi là hạt nhựa màu (masterbatch), trước đây đã được sử dụng. Trong từng chế phẩm chất tạo màu, một chất màu hoặc phẩm màu cần thiết dùng cho sản phẩm đúc bằng nhựa được tăng hàm lượng để có hàm lượng cao hơn hoặc bằng hàm lượng trong sản phẩm đúc và được nhào trộn vào nhựa chất mang cùng loại với nhựa sẽ được tạo màu. Do đó, ở giai đoạn đúc, chế phẩm chất tạo màu được sử dụng sau khi pha loãng theo tỉ lệ hàm lượng của chất màu.

Về chất màu được sử dụng để điều chế chế phẩm chất tạo màu, nói chung, các

chất màu hữu cơ, chất màu vô cơ và tương tự được sử dụng. Hàm lượng của từng chất trong số các chất màu đó trong chế phẩm chất tạo màu rất lớn. Do đó, các hạt chất màu kết tụ không dễ bị bung ra, thậm chí khi nhào trộn nóng chảy với nhựa chất mang, và tạo thành các hạt thô, còn được gọi là vật liệu chưa bị phân tán (vật liệu chưa bị bung ra). Các hạt thô được trộn trong chế phẩm nhựa có màu để đúc, trong đó chế phẩm nhựa được sản xuất bằng cách trộn chế phẩm chất tạo màu chứa các hạt thô như vậy và nhựa polyeste thơm. Các hạt thô gây ra bề ngoài xấu của sản phẩm đúc tạo thành. Như được mô tả trên đây, chế phẩm chất tạo màu chứa các hạt thô làm suy giảm giá trị thương mại của sản phẩm đúc và gây giảm hiệu suất. Do đó, thông thường, người ta cố gắng loại trừ các hạt thô bằng bộ lọc được lắp trong máy nhào trộn nóng chảy. Tuy nhiên, trong trường hợp khi đường kính hạt của các hạt thô lớn và trong trường hợp số hạt thô nhiều, bộ lọc dễ bị nghẹt, dẫn đến giảm năng suất sản xuất sản phẩm đúc.

Để cải thiện tính chất dễ bung ra của chất màu, người ta thường áp dụng phương pháp trong đó sáp từ chất khoáng, ví dụ như, sáp este axit montanic, được trộn cùng với chất màu. Tuy nhiên, sự dồi dào của các tài nguyên thiên nhiên, ví dụ như, sáp este axit montanic, đang cạn kiệt và suy giảm vì bị khai thác quá mức, và cần phát triển các vật liệu thay thế từ dầu mỏ, sáp tổng hợp và tương tự. Rồi thì người ta đã biết các phương pháp trong đó các chất hoạt động bề mặt béo, ví dụ như, các axit béo, muối kim loại của axit béo, este axit béo, và amit axit béo, và tương tự được sử dụng cùng với các chất màu (ví dụ, công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản Bản số 11-148020). Mặc dù chất hoạt động bề mặt béo thể hiện hiệu quả nhất định trong việc chống hình thành các hạt thô, hợp chất này có nhược điểm là chính nó dễ dàng bị phân hủy vì biến đổi nhiệt trong quá trình nhào trộn áp lực (ép đùn), và không đủ để sử dụng với vai trò chất hóa dẻo cho polyeste thơm có nhiệt độ nóng chảy cao.

Về chế phẩm chất tạo màu được sử dụng để tạo màu cho nhựa polyeste thơm, ví dụ như, chế phẩm chất tạo màu chứa nhựa polyeste thơm, chất này được sản xuất bằng cách gắn kín các đầu cuối của sản phẩm phản ứng của rượu dihydric có số nguyên tử cacbon từ 2 đến 25 và axit thơm có số nguyên tử cacbon từ 8 đến 18, và chất màu đã được bộc lộ (ví dụ, công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 9-310008). Tuy nhiên, ngay cả nhựa polyeste thơm để thu được chế phẩm chất tạo màu,

như được bộc lộ trong công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 9-310008, cũng không thể hiện tính chất dễ tách ra (tính chất giải kết tụ) cần thiết của chất màu. Do đó, các hạt thô vẫn bị trộn vào chế phẩm chất tạo màu. Kết quả là gây nghẹt bộ lọc được lắp đặt trong máy nhào trộn nóng chảy, và giảm năng suất sản xuất sản phẩm đúc.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm, trong đó chất hóa dẻo có độ bền nhiệt ưu việt để trở nên có khả năng chịu được quá trình nhào trộn nóng chảy với nhựa polyeste thơm, cải thiện tính chất dễ bung ra (tính chất giải kết tụ) của chất màu trong chế phẩm chứa hàm lượng chất màu cao, và có thể tránh tạo thành các hạt thô, ví dụ như, vật liệu chưa giải kết tụ. Ngoài ra, mục đích khác của sáng chế là đề xuất chế phẩm chất tạo màu trong đó sử dụng chất hóa dẻo, chế phẩm nhựa polyeste thơm được sản xuất bằng cách pha loãng chế phẩm chất tạo màu với nhựa polyeste thơm, và sản phẩm đúc từ chế phẩm nhựa polyeste thơm đó.

Các tác giả sáng chế đã tiến hành những nghiên cứu chuyên sâu nhằm đạt được các mục đích trên đây. Kết quả là, đối với este axit polycarboxylic alkyl thơm, đã phát hiện rằng, ví dụ, trong trường hợp một hợp chất (chất phụ gia trên cơ sở este) bao gồm một nhóm alkyl có mạch dài và dài hơn nhóm alkyl có trong rượu đơn chức được sử dụng làm mạch alkyl của este alkyl trong công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 9-310008 được thêm vào cùng với nhựa polyeste thơm và chất màu, tính chất dễ bung ra (tính chất giải kết tụ) của chất màu trong nhựa polyeste thơm đã được cải thiện, có thể tránh quá trình tạo thành các hạt thô, ví dụ như, vật liệu chưa giải kết tụ, và chất phụ gia trên cơ sở este đã có độ bền nhiệt ưu việt, không dễ dàng phân hủy ngay cả khi được thêm vào polyeste thơm có nhiệt độ nóng chảy cao, và có thể dễ dàng tránh được sự hình thành các hạt thô, ví dụ như, vật liệu chưa giải kết tụ, trong nhựa polyeste thơm. Do đó, sáng chế đã được hoàn thành.

Tức là, sáng chế đề xuất chế phẩm chất tạo màu, khác biệt ở chỗ nó chứa các thành phần không thể thiếu là nhựa polyeste thơm, chất màu, và chất phụ gia trên cơ sở este, trong đó chất phụ gia trên cơ sở este là este alkyl axit polycarboxylic thơm và mạch alkyl của este alkyl là nhóm alkyl mạch thẳng có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 26.

Sáng chế còn đề xuất chế phẩm nhựa polyeste thơm, khác biệt ở chỗ, chế phẩm nhựa này được sản xuất bằng cách nhào trộn nóng chảy chế phẩm chất tạo màu nêu trên và nhựa polyeste thơm pha loãng.

Sáng chế còn đề xuất sản phẩm đúc, khác biệt ở chỗ, sản phẩm đúc này được sản xuất bằng cách đúc chế phẩm nhựa polyeste thơm nêu trên.

Ngoài ra, sáng chế đề xuất chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm, khác biệt ở chỗ đó là một este alkyl axit polycarboxylic thơm, trong đó mạch alkyl của este alkyl là alkyl mạch thẳng có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 26.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là ảnh chụp quan sát qua kính hiển vi quang học phần bên trong của sản phẩm đúc thu được trong Ví dụ 13.

Hình 2 là ảnh chụp quan sát qua kính hiển vi quang học phần bên trong của sản phẩm đúc thu được trong Mẫu so sánh 11.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chế phẩm chất tạo màu theo sáng chế, khác biệt ở chỗ, chứa nhựa polyeste thơm, chất màu, và chất phụ gia trên cơ sở este là các thành phần không thể thiếu, trong đó chất phụ gia trên cơ sở este được mô tả trên đây là este alkyl axit polycarboxylic thơm và mạch alkyl của este alkyl là nhóm alkyl mạch thẳng có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 26.

Các ví dụ của nhựa polyeste thơm được sử dụng cho chế phẩm chất tạo màu theo sáng chế bao gồm các nhựa polyetylen terephtalat, nhựa đồng trùng hợp polyetylen terephtalat-isophtalat, nhựa đồng trùng hợp polyetylen-1,4-xyclohexandimetylen-terephtalat, nhựa polyetylen-2,6-naphtalendicarboxylat, nhựa đồng trùng hợp polyetylen-2,6-naphtalendicarboxylat-terephtalat, nhựa polyetylen-terephtalat-4,4'-biphenyldicarboxylat, nhựa poly-1,3-propylen-terephtalat, nhựa polybutylen terephtalat, nhựa polybutylen-2,6-naphtalendicarboxylat, nhựa polyetylen naphtalat, và nhựa polybutylen naphtalat. Trong số đó, các nhựa polyetylen terephtalat, polytrimetylen terephtalat, polybutylen terephtalat, polyetylen naphtalat,

và polybutylen naphtalat được đề cập là nhựa được ưu tiên. Các polyeste thơm có thể được sử dụng một mình hoặc ít nhất hai loại có thể được sử dụng kết hợp.

Nhựa polyeste thơm được sử dụng trong sáng chế là nhựa polyeste thơm có độ nhớt trong (IV) tốt hơn là từ 0,5 đến 1,5, tốt hơn nữa là từ 0,6 đến 1,3, và tốt hơn thế nữa là từ 0,63 đến 1,2. Về mặt này, trong sáng chế này, độ nhớt trong (IV) là giá trị được xác định bằng phương pháp phù hợp với Tiêu chuẩn Công nghiệp Nhật Bản JIS K 7367-5.

Chất màu được sử dụng trong sáng chế không bị giới hạn cụ thể đến mức có thể sử dụng như chất màu. Các ví dụ về chất màu có thể bao gồm các chất màu đã biết. Các ví dụ cụ thể bao gồm các chất màu hữu cơ riêng lẻ trên cơ sở azo, phtaloxyanin, quinacridon, dioxanxin, perylen, isoindolinon, và các chất tương tự; muối than; và các chất màu vô cơ trên cơ sở oxit titan, oxit sắt, oxit crom, vàng crom, và các chất tương tự. Trong đó, muối than được ưu tiên. Các chất màu này có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc ít nhất hai loại có thể được sử dụng kết hợp.

Hàm lượng của chất màu trong chế phẩm chất tạo màu ưu tiên hơn là trong phạm vi từ 0,1 đến 235 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của polyeste thơm, ưu tiên hơn là trong phạm vi từ 0,1 đến 150 phần khối lượng, và ưu tiên hơn nữa là 10 đến 150 phần khối lượng. Trong trường hợp hàm lượng nằm trong phạm vi nêu trên, độ bền nhiệt ưu việt và có thể thực hiện hiệu quả nhào trộn thuận lợi hơn đến ái lực đối với nhựa chất mang.

Chất phụ gia trên cơ sở este được sử dụng trong sáng chế, khác biệt ở chỗ, chất phụ gia này là este alkyl axit polycarboxylic thơm, trong đó mạch alkyl của este alkyl là alkyl mạch thẳng có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 26. Ở đây, trong số các mạch alkyl, các mạch alkyl có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 24 được ưu tiên hơn vì chất phụ gia trên cơ sở este có độ bền nhiệt ưu việt và có ảnh hưởng nhào trộn thuận lợi hơn đến ái lực đối với nhựa polyeste thơm đóng vai trò nhựa chất mang. Các mạch alkyl có số nguyên tử cacbon số nguyên tử cacbon từ 20 đến 23 được ưu tiên hơn nữa.

Chất phụ gia trên cơ sở este (hợp chất este) được sử dụng trong sáng chế có thể được sản xuất một cách thuận lợi nhờ, ví dụ, phản ứng este hóa của axit polycarboxylic thơm hoặc anhydrit axit (A) của nó và rượu đơn chức (B) gồm alkyl

mạch thẳng có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 26. Về mặt này, trong sáng chế, hóa trị của axit carboxylic đa hóa trị thơm chỉ số nhóm carboxyl tính trên mỗi phân tử, và hóa trị của anhydrit axit chỉ số nhóm carboxyl trước khi ngưng tụ khử nước.

Axit carboxylic đa hóa trị thơm trên đây không bị giới hạn cụ thể đến chừng nào nó là hợp chất thơm có ít nhất hai nhóm carboxyl được sử dụng. Các ví dụ bao gồm axit phthalic, axit isophthalic, axit terephthalic, axit hemimelitic, axit trimelitic, axit trimesic, axit melophanic, axit prenitic, axit pyromelitic, và axit melitic. Các ví dụ của anhydrit axit carboxylic đa hóa trị thơm bao gồm các anhydrit axit của các axit polycarboxylic thơm được mô tả trên đây. Trong số đó, các hợp chất thơm có ít nhất ba nhóm carboxyl được ưu tiên vì có thể thực hiện tác dụng thuận lợi hơn đến ái lực đối với nhựa polyeste thơm đóng vai trò nhựa chất mang. Hầu hết các axit trimelitic, pyromelitic, và các anhydrit của chúng đều được ưu tiên. Các axit carboxylic đa hóa trị thơm và các anhydrit axit (A) của chúng có thể được sử dụng một mình hoặc ít nhất hai loại có thể được sử dụng kết hợp.

Rượu đơn chức (B) được sử dụng trong sáng chế là rượu đơn chức gồm alkyl mạch thẳng có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 26. Các ví dụ của rượu như vậy bao gồm eicosanol (C20), heneicosanol (C21), docosanol (C22), tricosanol (C23), tetracosanol (C24), pentacosanol (C25), và hexacosanol (C26). Hầu hết các rượu đơn chức gồm alkyl mạch thẳng có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 24 được ưu tiên vì độ bền nhiệt ưu việt và có thể thực hiện tác dụng thuận lợi hơn đến ái lực đối với nhựa polyeste thơm đóng vai trò nhựa chất mang, và các rượu đơn chức gồm mạch alkyl có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 23 được ưu tiên hơn. Cụ thể là, eicosanol (C20), heneicosanol (C21), docosanol (C22), tricosanol (C23), và tetracosanol (C24) được ưu tiên.

Trong sáng chế, các rượu đơn chức ngoài rượu đơn chức được mô tả trên đây (B) có thể được sử dụng kết hợp với rượu đơn chức (B) trong phạm vi không làm giảm hiệu quả của sáng chế. Các ví dụ về rượu đơn chức ngoài rượu đơn chức (B) bao gồm octanol (C8), decanol (C10), dodecanol (C12), tetradecanol (C14), hexadecanol (C16), octadecanol (C18), heptacosanol (C27), octacosanol (C28), nonacosanol (29), triacontanol (C30), hentriacontanol (C31), dotriacontanol (C32), rượu xelomelisyl

(C33), tetratriacontanol (C34), heptatriacontanol (C35), và hexatriacontanol (C36).

Các vị trí thế của nhóm hydroxyl trong rượu đơn chức (B) và các rượu đơn chức ngoài rượu đơn chức (B) được sử dụng trong sáng chế là vị trí 1 hoặc vị trí 2, mặc dù vị trí 1 được ưu tiên.

Các ví dụ về các phương pháp để sản xuất chất phụ gia trên cơ sở este (hợp chất este) được sử dụng trong sáng chế bao gồm phương pháp trong đó axit carboxylic đa hóa trị thơm được mô tả trên đây (A) và rượu đơn chức được mô tả trên đây (B) được nạp vào thiết bị phản ứng, và phản ứng este hóa thông thường được làm cho xảy ra. Về việc này, ưu tiên hơn là xúc tác este hóa được sử dụng nhằm mục đích làm cho phản ứng este hóa xảy ra dễ dàng.

Về xúc tác este hóa được mô tả trên đây, các kim loại và hợp chất cơ kim có thể được sử dụng. Các ví dụ cụ thể bao gồm ít nhất một loại kim loại được chọn từ nhóm bao gồm nhóm 2, nhóm 4, nhóm 12, nhóm 13, và nhóm 14 của bảng phân loại tuần hoàn và các hợp chất cơ kim. Các ví dụ cụ thể hơn bao gồm các kim loại, ví dụ như, titan, thiếc, kẽm, nhôm, ziricon, magiê, hafni, và gecmani; và các hợp chất kim loại, ví dụ như, titan tetraisopropoxit, titan tetrabutoxit, titan oxyaxetylaxetonat, thiếc octanoat, thiếc 2-etylhexan, kẽm axetylaxetonat, ziricon tetraclorua, phức chất ziricon tetraclorua tetrahydrofuran, hafni tetraclorua, phức chất hafnium tetraclorua tetrahydrofuran, oxit gecmani, và tetraetoxygecmani. Trong số đó, các titan alkoxit, ví dụ như, titan tetraisopropoxit, titan tetrabutoxit, và titan oxyaxetylaxetonat, được ưu tiên vì khả năng phản ứng, khả năng dễ vận chuyển và độ ổn định khi bảo quản của hợp chất este thu được nhờ phản ứng este hóa cao.

Về mặt này, lượng sử dụng xúc tác este hóa được mô tả trên đây có thể là lượng trong phạm vi có thể kiểm soát phản ứng este hóa và ngăn chặn quá trình tạo màu hợp chất este tạo thành. Lượng sử dụng ưu tiên hơn là trong phạm vi từ 10 đến 2000 ppm, và ưu tiên hơn nữa là trong phạm vi từ 20 đến 1000 ppm so với tổng lượng rượu polyhydric và được mô tả trên đây và axit monocarboxylic được mô tả trên đây.

Trong quá trình sản xuất chất phụ gia trên cơ sở este được mô tả trên đây, về thời điểm thêm chất xúc tác este hóa, có thể thêm vào đồng thời với việc nạp axit carboxylic đa hóa trị thơm được mô tả trên đây (A) và rượu đơn chức được mô tả trên

đây (B) vào thiết bị phản ứng, có thể thêm vào trong quá trình nâng nhiệt độ, hoặc xúc tác este hóa có thể được thêm vào theo hình thức nhiều phân.

Trong phản ứng este hóa được mô tả trên đây, về tỉ lệ nạp axit carboxylic đa hóa trị được mô tả trên đây (A) vào rượu đơn chức mạch thẳng béo được mô tả trên đây (B), axit carboxylic đa hóa trị (A) so với nhóm hydroxyl của rượu đơn chức mạch thẳng béo được mô tả trên đây (B) không bị giới hạn cụ thể, mặc dù tốt hơn là điều chỉnh theo cách sao cho, ví dụ, nhóm carboxyl của axit carboxylic đa hóa trị (A) trong phạm vi từ 0,80 đến 1,20 đương lượng so với 1,00 đương lượng của nhóm hydroxyl của rượu đơn chức mạch thẳng béo được mô tả trên đây (B), và ưu tiên hơn là trong phạm vi từ 0,90 đến 1,10 đương lượng.

Nhiệt độ phản ứng trong quá trình sản xuất chất phụ gia trên cơ sở este được mô tả trên đây ưu tiên là trong phạm vi từ 60°C đến 300°C và ưu tiên hơn là trong phạm vi từ 100°C đến 250°C vì phản ứng được thúc đẩy khi quá trình hóa hơi hoặc thăng hoa của các nguyên liệu riêng lẻ bị ngăn chặn và sự phân hủy nhiệt và tạo màu của hợp chất este sinh ra từ phản ứng có thể được ngăn chặn.

Chất phụ gia trên cơ sở este thu được bởi phương pháp sản xuất được mô tả trên đây không dễ bị thủy phân ngay cả ở nhiệt độ cao và độ ẩm cao, và do đó, ổn định. Hiện tượng rỉ màu (bleeding) không dễ xảy ra nhờ tính tương hợp tốt với nhựa polyeste thơm. Trong khi đó, tính chất dễ bung ra của chất tạo màu được đề cập có thể được cải thiện bằng cách điều chỉnh giá trị axit và không chế ái lực theo trạng thái xử lý bề mặt của chất màu, vì vậy chất phụ gia trên cơ sở este ưu tiên hơn là có giá trị hydroxyl là 30 hoặc thấp hơn và giá trị axit là 15 hoặc thấp hơn, ưu tiên hơn là có giá trị hydroxyl là 20 hoặc thấp hơn và giá trị axit là 10 hoặc thấp hơn, và đặc biệt ưu tiên là có giá trị hydroxyl là 15 hoặc thấp hơn và giá trị axit là 5 hoặc thấp hơn.

Khối lượng phân tử trung bình số của chất phụ gia trên cơ sở este được sử dụng trong sáng chế ưu tiên hơn là từ 800 đến 3000, và ưu tiên hơn là 1000 đến 2500. Tương tự, phân tử khối ưu tiên hơn là từ 900 đến 2700, và ưu tiên hơn là từ 1100 đến 2500.

Trong sáng chế này, khối lượng phân tử số và khối lượng phân tử khối được đo theo các điều kiện được mô tả dưới đây.

Điều kiện đo GPC

Thiết bị đo: "HLC-8220 GPC" do Tosoh Corporation sản xuất

Cột: cột chắn "HHR-H" (6,0 mm I.D. × 4 cm) do Tosoh Corporation sản xuất +
 "TSK-GEL GMHHR-N" (7,8 mm I.D. × 30 cm) do Tosoh Corporation sản xuất +
 "TSK-GEL GMHHR-N" (7,8 mm I.D. × 30 cm) do Tosoh Corporation sản xuất +
 "TSK-GEL GMHHR-N" (7,8 mm I.D. × 30 cm) do Tosoh Corporation sản xuất +
 "TSK-GEL GMHHR-N" (7,8 mm I.D. × 30 cm) do Tosoh Corporation sản xuất

Máy dò: ELSD ("ELSD2000" do ORTEC Ltd. sản xuất)

Xử lý dữ liệu: "Phân tích dữ liệu GPC-8020 Model II phiên bản 4.30" do Tosoh Corporation sản xuất

Điều kiện đo: nhiệt độ cột 40°C

Dung môi rửa tetrahydrofuran (THF)

Lưu lượng 1,0 ml/phút

Mẫu: dung dịch tetrahydrofuran với hàm lượng rắn của nhựa là 1%, đã lọc qua bộ vi lọc (5 µl)

Mẫu chuẩn: các polystyren phân tán đơn sau đây có khối lượng phân tử đã biết được sử dụng phù hợp với sách hướng dẫn đo lường của "Xử lý dữ liệu GPC-8020 Model II phiên bản 4.30" trên đây

Polystyren phân tán đơn

"A-500" do Tosoh Corporation sản xuất

"A-1000" do Tosoh Corporation sản xuất

"A-2500" do Tosoh Corporation sản xuất

"A-5000" do Tosoh Corporation sản xuất

"F-1" do Tosoh Corporation sản xuất

"F-2" do Tosoh Corporation sản xuất

"F-4" do Tosoh Corporation sản xuất

"F-10" do Tosoh Corporation sản xuất

"F-20" do Tosoh Corporation sản xuất

"F-40" do Tosoh Corporation sản xuất

"F-80" do Tosoh Corporation sản xuất

"F-128" do Tosoh Corporation sản xuất

"F-288" do Tosoh Corporation sản xuất

"F-550" do Tosoh Corporation sản xuất

Dạng của chất phụ gia trên cơ sở este thu được như vậy không bị giới hạn cụ thể. Các ví dụ của chúng bao gồm các hình dạng bột, hạt, viên, phiến và mảnh. Các phương pháp sản xuất chúng không bị giới hạn cụ thể, mặc dù các ví dụ bao gồm phương pháp trong đó hợp chất este ở trạng thái nóng chảy được đưa vào thùng bằng thép không gỉ hoặc bằng chuyên với hệ thống làm lạnh và được chuyển thành bột, phiến, mảnh hoặc tương tự với máy nghiền hoặc tương tự, phương pháp trong đó các vật liệu đã qua đông đặc và nghiền được chuyển thành hạt bằng cách ép, đun nóng, hoặc tương tự, phương pháp trong đó tiến hành chuyển từ trạng thái nóng chảy thành hình dạng hạt, viên hoặc tương tự một cách trực tiếp, và phương pháp trong đó tiến hành sau khi hạt nhựa màu được sản xuất bằng cách nhào trộn với nhựa polyeste nền theo tỉ lệ định trước.

Hàm lượng của chất phụ gia trên cơ sở este thu được như vậy trong chế phẩm chất tạo màu nằm trong phạm vi từ 0,5 đến 120 phần khối lượng so với 100 phần polyeste thơm, và ưu tiên hơn trong phạm vi từ 0,8 đến 100 phần khối lượng. Trong trường hợp hàm lượng nằm trong phạm vi được mô tả trên đây, độ bền nhiệt rất tốt và có thể thể hiện tác dụng nhào trộn tốt nhờ ái lực đối với nhựa chất mang. Do đó, có thể ngăn ngừa sự hình thành các hạt thô, ví dụ như, vật liệu chưa giải kết tụ.

Hiện nay người ta không chắc về cơ chế hoạt động của tính chất dễ bung ra (tính chất giải kết tụ) ưu việt của chất phụ gia trên cơ sở este được mô tả trên đây. Tuy nhiên, người ta cho rằng bộ khung thơm được đưa vào và do đó, độ bền nhiệt ưu việt được thể hiện so với chất phụ gia hiện có trong đó có bộ khung béo, quá trình phân hủy không xảy ra dễ dàng ngay cả ở nhiệt độ cao trong quá trình nhào trộn nóng chảy, tác dụng hóa dẻo gốc và tác dụng hoạt hóa giữa các bề mặt có thể được thể hiện liên tục, và vì vậy độ nhớt nóng chảy của ngay cả chế phẩm chất tạo màu chứa hàm lượng chất

màu cao cũng có thể được giảm đi. Tương tự, người ta cho rằng chất phụ gia trên cơ sở este được mô tả trên đây có ái lực cao đối với nhựa polyeste thơm, là nhựa chất mang, vì cấu trúc của nó và tác dụng lên nhựa chất mang và chất màu một cách hiệu quả để tăng tác dụng nhào trộn nóng chảy. Người ta cho rằng, nhờ những tác dụng đó mà cải thiện tính chất dễ bung ra của chất màu trong chế phẩm chất tạo màu, giảm quá trình tạo thành các hạt thô, ví dụ như, vật liệu chưa giải kết tụ, giảm đi và hơn nữa, giảm áp suất lọc của bộ lọc được lắp đặt trong thiết bị nhào trộn nóng chảy. Theo cách này, chất phụ gia trên cơ sở este được mô tả trên đây có thể được sử dụng một cách thuận lợi với chức năng chất hóa dẻo của nhựa polyeste thơm và chất phân tán của chất màu.

Chế phẩm chất tạo màu theo sáng chế được sản xuất bằng cách trộn nhựa polyeste thơm được mô tả trên đây, chất màu, và chất phụ gia trên cơ sở este, và thứ tự trộn chúng không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ, (Phương pháp 1) nhựa polyeste thơm, chất màu, và chất phụ gia trên cơ sở este có thể được nhào trộn đồng thời hoặc (Phương pháp 2) vật liệu đã nhào trộn của chất màu và chất phụ gia trên cơ sở este có thể được sản xuất trước và, sau đó, được nhào trộn với nhựa polyeste thơm. Cụ thể hơn, ví dụ, trong trường hợp Phương pháp 1, nhựa polyeste thơm, chất màu, và chất phụ gia trên cơ sở este có thể được trộn trước theo cách sao cho các vật liệu trộn đều với nhau và sau đó, có thể tiến hành nhào trộn nóng chảy ở nhiệt độ trong phạm vi từ 220°C đến 300°C bằng cách sử dụng máy ép đùn trực vít đơn hoặc máy ép đùn trực vít kép. Tương tự, trong trường hợp Phương pháp 2, chất màu và chất phụ gia trên cơ sở este có thể được nhào trộn nóng chảy ở nhiệt độ trong phạm vi từ 80°C đến 150°C bằng cách sử dụng máy ép đùn trực vít đơn hoặc trực vít kép và, sau đó, vật liệu đã nhào trộn thu được có thể được nhào trộn nóng chảy với nhựa polyeste thơm bởi máy ép đùn hoặc tương tự.

Chế phẩm chất tạo màu thu được như vậy được sử dụng làm nhựa hạt màu. Hình dạng của nhựa hạt màu không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ bao gồm dạng viên, phiến và mảnh.

Trong khi đó, thành phần bất kỳ ngoài các thành phần được mô tả trên đây, ví dụ, chất bôi trơn, chất chống tĩnh điện, chất hấp thụ tia cực tím, và chất chống oxy hóa có thể được thêm, nếu cần, vào chế phẩm chất tạo màu theo sáng chế.

Chế phẩm chất tạo màu theo sáng chế thu được như vậy được nhào trộn với nhựa polyeste thơm để pha loãng (gọi là nhựa polyeste thơm pha loãng trong bản mô tả sáng chế này) để sản xuất chế phẩm nhựa polyeste thơm có màu và, sau đó, sản phẩm đúc có màu có thể được sản xuất bằng cách đúc. Cụ thể hơn, nhựa polyeste thơm pha loãng trong phạm vi từ 100 đến 1000000 phần khối lượng, ưu tiên hơn trong phạm vi từ 200 đến 100000 phần khối lượng, được nhào trộn nóng chảy với 100 phần khối lượng của chế phẩm chất tạo màu theo sáng chế trong khi đun nóng ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng điểm nóng chảy của nhựa polyeste thơm pha loãng, ví dụ, trong phạm vi từ 220°C đến 300°C, để sản xuất chế phẩm nhựa polyeste thơm và, sau đó, các sản phẩm đúc có hình dạng khác nhau có thể được sản xuất bằng cách thực hiện quá trình đúc phun, đúc màng khuôn dạng chữ T, và tương tự với các thiết bị ép đùn, máy đúc phun khác nhau, và tương tự. Các ví dụ của nhựa polyeste thơm pha loãng bao gồm các loại nhựa tương tự với vai trò nhựa chất mang được sử dụng cho chế phẩm chất tạo màu, và ưu tiên hơn là các nhựa cùng loại như nhựa chất mang được sử dụng kết hợp. Ngoài các phương pháp đúc được mô tả trên đây, các ví dụ về phương pháp bao gồm phương pháp trong đó chế phẩm chất tạo màu và nhựa polyeste thơm pha loãng được trộn trước với máy trộn, máy pha trộn, hoặc tương tự, và sau đó, hỗn hợp tạo thành được đưa vào máy đúc phun để được nhào trộn nóng chảy và đúc trực tiếp.

Hàm lượng của chất phụ gia trên cơ sở este trong chế phẩm nhựa polyeste thơm thu được tại thời điểm đó, ví dụ, ưu tiên hơn là 0,00001 phần khối lượng đến 0,14 phần khối lượng, và ưu tiên hơn là 0,00008 phần khối lượng đến 0,10 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của nhựa polyeste thơm và nhựa polyeste thơm pha loãng tổng cộng trong chế phẩm chất tạo màu.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết sau đây bằng cách tham khảo các ví dụ theo sáng chế so với các mẫu so sánh. Trong các ví dụ, thuật ngữ "phần" và "%" được tính trên cơ sở khối lượng trừ khi được ghi rõ khác.

Ví dụ 1 (Điều chế chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm)

Bình bốn cổ gồm nhiệt kế, máy khuấy, ống dẫn khí nitơ, và đầu chung cất để chưng cất phân đoạn và có thể tích trong 3 L được nạp 176,8 g anhydrit phthalic, 847,6

g docosanol (sản phẩm chứa 98% docosanol), 51 g toluen, và 0,31 g titan tetraisopropoxit (sau đây viết tắt là TiPT) và, sau đó, nhiệt độ được nâng lên đến 230°C trong khi khí nitơ trong phạm vi từ 100 đến 500 ml/phút được thổi vào để duy trì nhiệt độ trên mực chất lỏng ở 100°C hoặc thấp hơn. Sau đó, phản ứng este hóa – khử nước được làm cho xảy ra ở 230°C trong khi nước sinh ra được loại ra. Tại thời điểm khi giá trị axit của sản phẩm phản ứng đã đạt 2 hoặc thấp hơn, 0,25 g dung dịch axit phosphoric 85% được nạp vào, quá trình giảm áp được bắt đầu, và toluen và rượu chưa phản ứng được loại ra bằng cách giảm áp đến 0,67 kPa hoặc thấp hơn ở trạng thái 230°C. Sau khi toluen và rượu chưa phản ứng hoàn tất thoát ra hết, áp suất giảm được giải phóng, nhiệt độ được hạ thấp, và sản phẩm phản ứng được lấy ra qua lọc với diatomit để thu Chất hóa dẻo (1) dùng cho nhựa polyeste thơm. Thu được chất rắn màu trắng, khối lượng phân tử trung bình số (M_n) của chất hóa dẻo (1) là 1090, khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) là 1160, giá trị axit là 2,2, và giá trị hydroxyl là 3,3.

Ví dụ 2 (Điều chế chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm)

Bình bốn cổ gồm nhiệt kế, máy khuấy, ống dẫn khí nitơ, và đầu chung cất để chưng cất phân đoạn và có thể tích trong 3 L được nạp 220,8 g anhydrit trimelitic, 534,2 g docosanol (sản phẩm chứa 98% docosanol), 442,5 g octadecanol (sản phẩm chứa 98% octadecanol), 60 g toluen, và 0,36 g TiPT và, sau đó, nhiệt độ được nâng lên đến 230°C trong khi khí nitơ trong phạm vi từ 100 đến 500 ml/phút được thổi vào để duy trì nhiệt độ trên mực chất lỏng ở 100°C hoặc thấp hơn. Sau đó, phản ứng este hóa – khử nước được làm cho xảy ra ở 230°C trong khi nước sinh ra được loại ra. Tại thời điểm khi giá trị axit của sản phẩm phản ứng đã đạt 2 hoặc thấp hơn, 0,29 g dung dịch axit phosphoric 85% trong nước được nạp vào, quá trình giảm áp được bắt đầu, và toluen và rượu chưa phản ứng được loại ra bằng cách giảm áp đến 0,67 kPa hoặc thấp hơn ở trạng thái 230°C. Sau khi toluen và rượu chưa phản ứng hoàn tất thoát ra hết, áp suất giảm được giải phóng, nhiệt độ được hạ thấp, và sản phẩm phản ứng được đưa vào thùng bằng thép không gỉ trong khi nhiệt độ chất lỏng được duy trì ở 100°C để thu được Chất hóa dẻo (2) dùng cho nhựa polyeste thơm. Cảm quan của Chất hóa dẻo (2) là chất rắn màu trắng, khối lượng phân tử trung bình số (M_n) là 1850, khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) là 1930, giá trị axit là 3,3, và giá trị hydroxyl là 4,5.

Ví dụ 3 (Điều chế chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm)

Bình bốn cổ gồm nhiệt kế, máy khuấy, ống dẫn khí nitơ, và đầu chung cất để chung cất phân đoạn và có thể tích trong 3 L được nạp 192,0 g anhydrit trimelitic, 929,1 g docosanol (sản phẩm chứa 98% docosanol), 56 g toluen, và 0,33 g TiPT và, sau đó, nhiệt độ được nâng lên đến 230°C trong khi khí nitơ trong phạm vi từ 100 đến 500 ml/phút được thổi vào để duy trì nhiệt độ trên mực chất lỏng ở 100°C hoặc thấp hơn. Sau đó, phản ứng este hóa – khử nước được làm cho xảy ra ở 230°C trong khi nước sinh ra được loại ra. Tại thời điểm khi giá trị axit của sản phẩm phản ứng đã đạt 2 hoặc thấp hơn, 0,27 g dung dịch axit phosphoric 85% trong nước được nạp vào, quá trình giảm áp được bắt đầu, và toluen và rượu chưa phản ứng được loại ra bằng cách giảm áp đến 0,67 kPa hoặc thấp hơn ở trạng thái 230°C. Sau khi toluen thoát ra hết, áp suất giảm được giải phóng, nhiệt độ được hạ thấp, và sản phẩm phản ứng được đưa vào thùng bằng thép không gỉ trong khi nhiệt độ chất lỏng được duy trì ở 100°C để thu được Chất hóa dẻo (3) dùng cho nhựa polyeste thơm. Cảm quan của Chất hóa dẻo (3) là chất rắn màu trắng, khối lượng phân tử trung bình số (Mn) là 1670, khối lượng phân tử trung bình khối (Mw) là 1750, giá trị axit là 2,0, và giá trị hydroxyl là 7,3.

Ví dụ 4 (Điều chế chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm)

Bình bốn cổ gồm nhiệt kế, máy khuấy, ống dẫn khí nitơ, và đầu chung cất để chung cất phân đoạn và có thể tích trong 3 L được nạp 190,5 g axit pyromelitic, 929,1 g docosanol (sản phẩm chứa 98% docosanol), 56 g toluen, và 0,34 g TiPT và, sau đó, nhiệt độ được nâng lên đến 230°C trong khi khí nitơ trong phạm vi từ 100 đến 500 ml/phút được thổi vào để duy trì nhiệt độ trên mực chất lỏng ở 100°C hoặc thấp hơn. Sau đó, phản ứng este hóa – khử nước được làm cho xảy ra ở 230°C trong khi nước sinh ra được loại ra. Tại thời điểm khi giá trị axit của sản phẩm phản ứng đã đạt 2 hoặc thấp hơn, 0,27 g dung dịch axit phosphoric 85% trong nước được nạp vào, quá trình giảm áp được bắt đầu, và toluen được loại ra bằng cách giảm áp đến 0,67 kPa hoặc thấp hơn ở trạng thái 230°C. Sau khi toluen thoát ra hết, áp suất giảm được giải phóng, nhiệt độ được hạ thấp, và sản phẩm phản ứng được đưa vào thùng bằng thép không gỉ trong khi nhiệt độ chất lỏng được duy trì ở 100°C để thu được Chất hóa dẻo (4) dùng cho nhựa polyeste thơm. Cảm quan của Chất hóa dẻo (4) là chất rắn màu trắng, khối

lượng phân tử trung bình số (M_n) là 2260, khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) là 2390, giá trị axit là 4,1, và giá trị hydroxyl là 8,1.

Mẫu so sánh 1 (Điều chế chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm để so sánh)

Bình bốn cổ gồm nhiệt kế, máy khuấy, ống dẫn khí nitơ, và đầu chung cất để chưng cất phân đoạn và có thể tích trong 3 L được nạp 218,4 g axit pyromelitic, 882,4 g octadecanol (sản phẩm chứa 98% octadecanol), 55 g toluen, và 0,33 g TiPT và, sau đó, nhiệt độ được nâng lên đến 230°C trong khi khí nitơ trong phạm vi từ 100 đến 500 ml/phút được thổi vào để duy trì nhiệt độ trên mức chất lỏng ở 100°C hoặc thấp hơn. Sau đó, phản ứng este hóa – khử nước được làm cho xảy ra ở 230°C trong khi nước sinh ra được loại ra. Tại thời điểm khi giá trị axit của sản phẩm phản ứng đã đạt 2 hoặc thấp hơn, 0,26 g dung dịch axit phosphoric 85% trong nước được nạp vào, quá trình giảm áp được bắt đầu, và toluen được loại ra bằng cách giảm áp đến 0,67 kPa hoặc thấp hơn ở trạng thái 230°C. Sau khi toluen thoát ra hết, áp suất giảm được giải phóng, nhiệt độ được hạ thấp, và sản phẩm phản ứng được đưa vào thùng bằng thép không gỉ trong khi nhiệt độ chất lỏng được duy trì ở 100°C để thu được Chất hóa dẻo (1') dùng cho nhựa polyeste thơm để so sánh. Cảm quan của Chất hóa dẻo (1') là chất rắn màu trắng, khối lượng phân tử trung bình số (M_n) là 1900, khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) là 1970, giá trị axit là 5,5, và giá trị hydroxyl là 4,1.

Mẫu so sánh 2 (Điều chế chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm để so sánh)

Bình bốn cổ gồm nhiệt kế, máy khuấy, ống dẫn khí nitơ, và đầu chung cất để chưng cất phân đoạn và có thể tích trong 3 L được nạp 108,8 g pentaerytritol, 908,8 g axit stearic, 51 g toluen, và 0,31 g TiPT và, sau đó, nhiệt độ được nâng lên đến 230°C trong khi khí nitơ trong phạm vi từ 100 đến 500 ml/phút được thổi vào để duy trì nhiệt độ trên mức chất lỏng ở 100°C hoặc thấp hơn. Sau đó, phản ứng este hóa – khử nước được làm cho xảy ra ở 230°C trong khi nước sinh ra được loại ra. Tại thời điểm khi giá trị axit của sản phẩm phản ứng đã đạt 2 hoặc thấp hơn, 0,24 g dung dịch axit phosphoric 85% trong nước được nạp vào, quá trình giảm áp được bắt đầu, và toluen được loại ra bằng cách giảm áp đến 0,67 kPa hoặc thấp hơn ở trạng thái 230°C. Sau

khi toluen thoát ra hết, áp suất giảm được giải phóng, nhiệt độ được hạ thấp, và sản phẩm phản ứng được đưa vào thùng bằng thép không gỉ trong khi nhiệt độ chất lỏng được duy trì ở 100°C để thu được Chất hóa dẻo (2') dùng cho nhựa polyeste thơm để so sánh. Cảm quan của Chất hóa dẻo (2') là chất rắn màu trắng, khối lượng phân tử trung bình số (M_n) là 1620, khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) là 1680, giá trị axit là 1,9, và giá trị hydroxyl là 15,0.

Ví dụ 5 (Điều chế chế phẩm chất tạo màu)

Thu được chế phẩm chất tạo màu (1) theo sáng chế bằng cách cho 58 phần polybutylen terephthalat (độ nhớt trong (IV) phù hợp với JIS K 7367-5 là 0,69), 40 phần muội than (đường kính hạt trung bình từ 15 đến 25 nm tính theo đường kính đường tròn tương đương trên cơ sở quan sát qua kính hiển vi điện tử), và Chất hóa dẻo (1) dùng cho nhựa polyeste thơm vào máy ép đùn trục vít kép và nhào trộn nóng chảy chúng. Máy ép đùn trục vít kép có đường kính trục vít = 25 mm với giá trị L/D là 45 được sử dụng, và nhiệt độ vỏ áo được đặt ở 260°C đến 270°C. Khi điều chế Chế phẩm chất tạo màu (1), giá trị momen khi quá trình nhào trộn được thực hiện trong điều kiện trong đó số vòng quay của trục vít trở thành 200 vòng/phút được đo và giá trị (giá trị momen trung bình) khi giá trị momen ổn định được đánh giá trên cơ sở các tiêu chí được mô tả dưới đây. Khi giá trị này thấp hơn, điều đó chỉ ra rằng độ nhớt nóng chảy của vật liệu bị nhào trộn nóng chảy trở nên thấp hơn, và điều đó có nghĩa là tính có thể trộn lẫn ưu việt và năng suất ưu việt. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 1.

Tiêu chí đánh giá giá trị momen trung bình

- ⊙: giá trị momen trung bình dưới 29,0 N·m
- : giá trị momen trung bình từ 29,0 N·m đến dưới 30,0 N·m
- △: giá trị momen trung bình từ 30,0 N·m đến dưới 31,0 N·m
- ×: giá trị momen trung bình từ 31,0 N·m trở lên.

Các ví dụ từ 6 đến 9 và các mẫu so sánh từ 3 đến 5

Thu được các Chế phẩm chất tạo màu từ (2) đến (4) và các Chế phẩm chất tạo màu từ (1') đến (5') để so sánh bằng cách tương tự như trong Ví dụ 5 trừ các chất hóa dẻo được thể hiện trong Bảng 1 và Bảng 2 được sử dụng. Giá trị momen trung bình

được đo và đánh giá theo cách tương tự như trong Ví dụ 5. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 1 và Bảng 2.

Bảng 1

		Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8
Chế phẩm chất tạo màu		(1)	(2)	(3)	(4)
Chất hóa dẻo được dùng cho nhựa polyeste thơm		(1)	(2)	(3)	(4)
Đánh giá tính chất có thể trộn lẫn trong sản xuất chế phẩm chất tạo màu	Giá trị momen trung bình (N·m)	28,3	28,3	27,8	28,8
	Đánh giá	⊙	⊙	⊙	⊙

Bảng 2

		Mẫu so sánh 3	Mẫu so sánh 4	Mẫu so sánh 5	Mẫu so sánh 6
Chế phẩm chất tạo màu		(1')	(2')	(3')	(4')
Chất hóa dẻo được dùng cho nhựa polyeste thơm		(1')	(2')	Sáp Montan	Sáp PE
Đánh giá tính chất có thể trộn lẫn trong sản xuất chế phẩm chất tạo màu	Giá trị momen trung bình (N·m)	28,4	31,1	29,8	31,0
	Đánh giá	⊙	×	○	×

Ghi chú:

Sáp Montan: sáp este của axit montanoic "Licolub WE4" do Clariant K.K sản xuất.

Sáp PE: sáp polyetylen biến tính "TEGOMER E 525" do EVONIK INDUSTRIES sản xuất

Ví dụ 9 (Điều chế chế phẩm nhựa polyeste thơm)

Chế phẩm nhựa polyeste thơm có màu (1) được điều chế bằng cách nhào trộn nóng chảy Chế phẩm chất tạo màu (1) thu được trong Ví dụ 5 và nhựa polyeste thơm pha loãng với máy ép đùn trực đơn. Khi điều chế chế phẩm này, tính chất giải kết tụ

(tính chất dễ bung ra) của chế phẩm chất tạo màu được đánh giá trên cơ sở phương pháp được mô tả dưới đây. Về việc này, polybutylen terephthalat được dùng trong sản xuất Chế phẩm chất tạo màu (1) được sử dụng làm nhựa polyeste thơm pha loãng.

Phương pháp đánh giá tính chất giải kết tụ

Chế phẩm chất tạo màu (1) và nhựa polyeste thơm pha loãng theo tỉ lệ khối lượng 16,7/83,3 được đưa qua thiết bị thử trong đó thiết bị thử áp suất lọc được lắp đặt ở phía đầu ra trong của máy ép đùn trực đơn có đường kính trục vít 30 mm với giá trị L/D là 30, hỗn hợp của Chế phẩm chất tạo màu (1) và nhựa polyeste thơm pha loãng được ép đùn từ thiết bị thử áp suất lọc được mô tả trên đây để Chế phẩm nhựa polyeste thơm (1) được sản xuất ra. Ở đây, nhiệt độ vỏ áo của máy ép đùn trực đơn được đặt ở 280°C. Cấu hình của bộ lọc được lắp trong thiết bị thử áp suất lọc được ghi rõ là 80 μm x bắn ra 40 μm x #80 μm , và số vòng quay của trục vít được đặt ở 80 vòng/phút.

Khi chế phẩm nhựa polyeste thơm được ép đùn từ thiết bị thử áp suất lọc được mô tả trên đây, áp suất (áp suất nhựa) của dòng vào của Chế phẩm nhựa polyeste thơm (1) vào phía đầu vào bộ lọc và áp suất dòng ra từ phía đầu ra bộ lọc được đo, chênh lệch giữa chúng (áp suất lọc, MPa) được xác định và được lấy làm giá trị thử nghiệm áp suất lọc, và việc đánh giá được thực hiện trên cơ sở các tiêu chí được mô tả dưới đây. Giá trị thử nghiệm áp suất lọc thấp hơn có nghĩa là sự tạo thành các hạt thô, ví dụ như, vật liệu chưa giải kết tụ, giảm đi và tính chất dễ bung ưu việt được thể hiện. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 3.

⊙: dưới 2 MPa

○: từ 2 MPa đến dưới 4 MPa

△: từ 4 MPa đến dưới 6 MPa

×: 6 MPa trở lên

Các ví dụ từ 10 đến 12 và các mẫu so sánh từ 7 đến 9

Thu được các Chế phẩm nhựa polyeste thơm từ (2) đến (4) và các Chế phẩm nhựa polyeste thơm từ (1') đến (4') để so sánh theo cách tương tự như trong Ví dụ 9 trừ việc các chế phẩm chất tạo màu được thể hiện trong Bảng 3 và Bảng 4 được sử dụng. Tính chất dễ bung ra và các vật liệu kết tụ được đánh giá theo cách tương tự như trong

Ví dụ 9. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 3 và Bảng 4.

Bảng 3

	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12
Chế phẩm nhựa polyeste thơm	(1)	(2)	(3)	(4)
Chế phẩm chất tạo màu được sử dụng	(1)	(2)	(3)	(4)
Giá trị thử nghiệm áp suất lọc (MPa)	3,6	3,2	0,9	0,7
Đánh giá tính chất dễ bung ra	○	○	⊙	⊙

Bảng 4

	Mẫu so sánh 7	Mẫu so sánh 8	Mẫu so sánh 9
Chế phẩm nhựa polyeste thơm	(1')	(2')	(3')
Chế phẩm chất tạo màu được sử dụng	(1')	(2')	(4')
Giá trị thử nghiệm áp suất lọc (MPa)	6,6	4,8	5,5
Đánh giá tính chất dễ bung ra	×	Δ	Δ

Ví dụ 13 (Điều chế chế phẩm nhựa polyeste thơm)

Sản phẩm đúc dạng viên (1) của chế phẩm nhựa polyeste thơm có màu được điều chế bằng cách nhào trộn nóng chảy Chế phẩm chất tạo màu (1) thu được trong Ví dụ 5 và nhựa polyeste thơm pha loãng với máy ép đùn trục đơn trên cơ sở phương pháp được mô tả dưới đây. Các vật liệu kết tụ trong sản phẩm đúc tạo thành được đánh giá bằng phương pháp được mô tả dưới đây. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 5. Về mặt này, polybutylen terephthalat được sử dụng trong sản xuất Chế phẩm chất tạo màu (1) được dùng làm nhựa polyeste thơm pha loãng.

Phương pháp chế tạo sản phẩm đúc dạng viên

Chế phẩm chất tạo màu (1) và nhựa polyeste thơm pha loãng được trộn theo cách sao cho hàm lượng muội than là 2,5% để thu được hỗn hợp. Hỗn hợp tạo thành được nhào trộn nóng chảy bằng cách sử dụng máy ép đùn trục đơn có đường kính trục vít 30 mm với giá trị L/D là 30, để sản phẩm đúc dạng viên (1) được chế tạo. Ở đây, nhiệt độ vỏ áo của máy ép đùn trục đơn được đặt ở 280°C.

Phương pháp đánh giá các vật liệu kết tụ hiện diện trong sản phẩm đúc

Một mảnh rất nhỏ có khối lượng 0,5 mg được cắt ra từ sản phẩm đúc dạng viên, được đặt vào vật kính, và che phủ bằng một vật kính khác. Sau đó, áp suất được tạo ra bằng cách ép nóng ở 250°C theo cách sao cho các vật kính không bị vỡ, để một mẫu thử nghiệm được chế tạo bằng cách đúc thành hình dạng nút có độ dày khoảng 0,01 mm và đường kính là 8 mm. Mười mẫu thử được tạo thành và bề mặt của các mẫu thử được quan sát trên cơ sở hình ảnh qua kính hiển vi quang học 100X. Sự hiện diện của các hạt thô trên bề mặt mẫu thử được quan sát. Số hạt thô với đường kính tương đương từ 31 đến 40 μm , số hạt thô với đường kính tương đương từ 41 đến 60 μm , và số hạt thô với đường kính tương đương 61 μm hoặc cao hơn được đếm, và tổng số trong mười mẫu thử được xác định. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 5. Về mặt này, ảnh qua kính hiển vi của các mẫu thử thu được từ các sản phẩm đúc được sản xuất trong Ví dụ 13 và Mẫu so sánh 11 được mô tả sau đây được thể hiện trên các hình Hình 1 và Hình 2.

Các ví dụ từ 13 đến 16 và các mẫu so sánh từ 10 đến 12

Thu được các Sản phẩm đúc dạng viên từ (1) đến (4) và các Sản phẩm đúc dạng viên từ (1') đến (4') để so sánh theo cách tương tự như trong Ví dụ 13 trừ việc các chế phẩm chất tạo màu được thể hiện trong Bảng 5 và Bảng 6 được sử dụng. Các vật liệu kết tụ được đánh giá theo cách tương tự như trong Ví dụ 13. Kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 5 và Bảng 6.

Bảng 5

		Ví dụ 13	Ví dụ 14	Ví dụ 15	Ví dụ 16
Sản phẩm đúc dạng viên		(1)	(2)	(3)	(4)
Chế phẩm chất tạo màu được sử dụng		(1)	(2)	(3)	(4)
Đánh giá vật liệu kết tụ (tổng số hạt)	Đường kính hạt 31 đến 40 μm	0	0	0	0
	Đường kính hạt 41 đến 60 μm	0	0	0	0
	Đường kính hạt 61 μm hoặc hơn	0	0	0	0

Bảng 6

		Mẫu so sánh 10	Mẫu so sánh 11	Mẫu so sánh 12
Sản phẩm đúc dạng viên		(1')	(2')	(3')
Chế phẩm chất tạo màu được sử dụng		(1')	(2')	(4')
Giá trị thử nghiệm áp suất lọc (MPa)		6,6	4,8	5,5
Đánh giá tính chất dễ bung ra		×	Δ	Δ
Đánh giá vật liệu kết tụ (tổng số hạt)	Đường kính hạt 31 đến 40 μm	-	0	3
	Đường kính hạt 41 đến 60 μm	-	3	2
	Đường kính hạt 61 μm hoặc hơn	-	0	2

-: không đánh giá

Danh sách Dấu hiệu Tham khảo

1 vật liệu chưa giải kết tụ

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Theo sáng chế, chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm có thể được cung cấp, trong đó chất hóa dẻo có độ bền nhiệt ưu việt để trở thành có khả năng chịu được quá trình nhào trộn nóng chảy với nhựa polyeste thơm, cải thiện tính chất dễ bung ra (tính chất giải kết tụ) của chất màu trong chế phẩm chứa hàm lượng chất màu cao, và có thể tránh tạo thành các hạt thô, ví dụ như, vật liệu chưa giải kết tụ. Ngoài ra, chế phẩm chất tạo màu trong đó sử dụng chất hóa dẻo, chế phẩm nhựa polyeste thơm được sản xuất bằng cách pha loãng chế phẩm chất tạo màu với nhựa polyeste thơm, và sản phẩm đúc bằng chế phẩm nhựa polyeste thơm đó có thể được cung cấp.

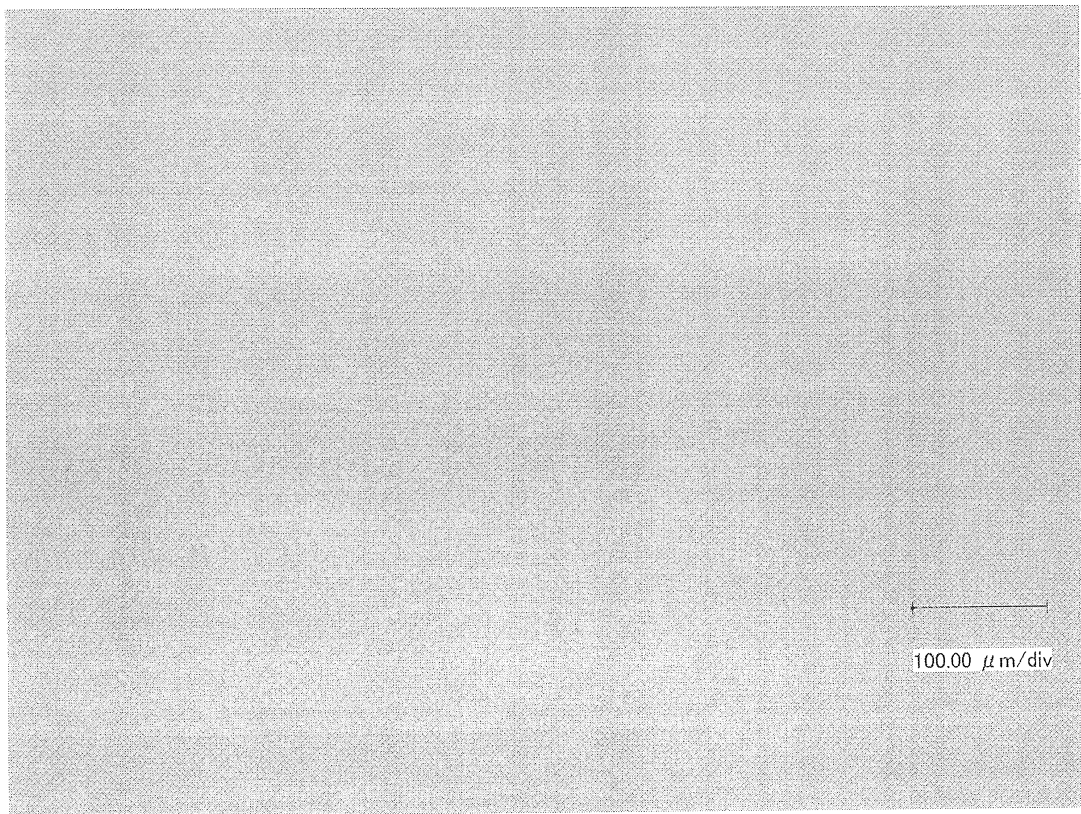
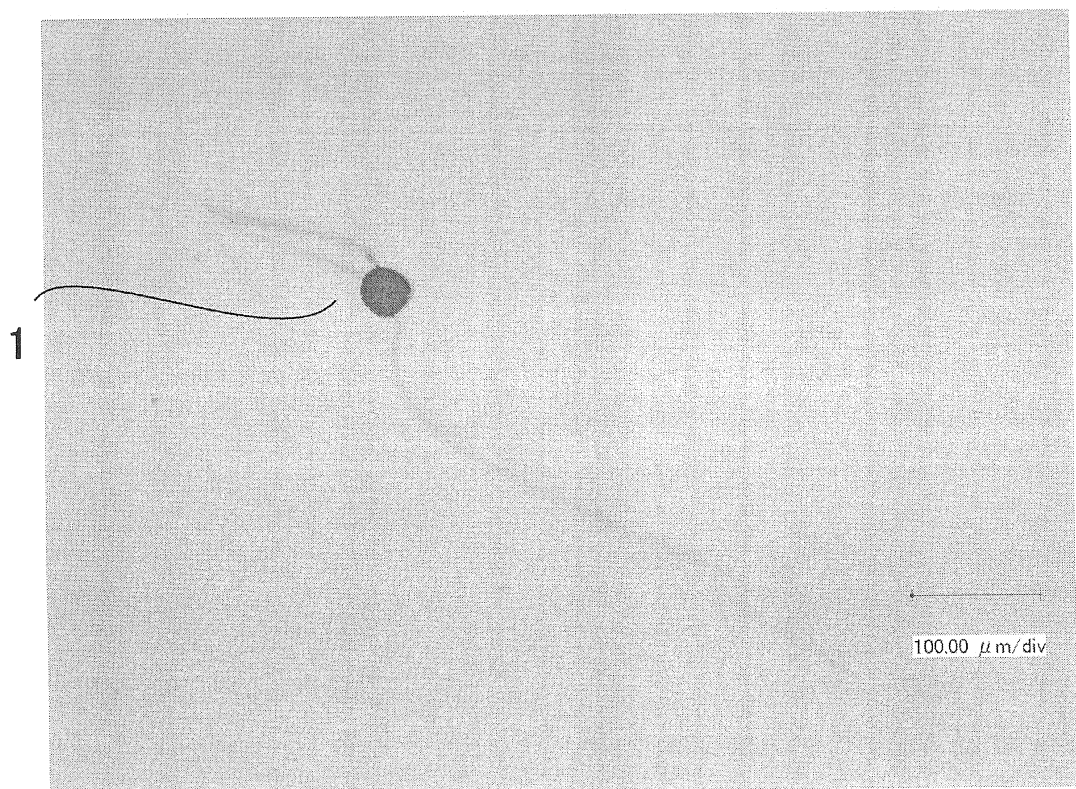
YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm chất tạo màu, khác biệt ở chỗ, bao gồm nhựa polyeste thơm, chất màu, và chất phụ gia trên cơ sở este là các thành phần không thể thiếu, trong đó chất phụ gia trên cơ sở este là este alkyl axit polycarboxylic thơm, và mạch alkyl của este alkyl là nhóm alkyl mạch thẳng có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 26.
2. Chế phẩm chất tạo màu theo điểm 1, trong đó chất phụ gia trên cơ sở este được sản xuất bằng phản ứng este hóa của axit carboxylic đa hóa trị thơm hoặc anhydrit axit (A) của chúng và rượu đơn chức (B) gồm alkyl mạch thẳng có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 24.
3. Chế phẩm chất tạo màu theo điểm 2, trong đó rượu đơn chức (B) ít nhất là một loại rượu đơn chức được chọn từ nhóm bao gồm eicosanol, heneicosanol, docosanol, tricosanol, và rượu caunaubyl.
4. Chế phẩm chất tạo màu theo điểm 2, trong đó axit carboxylic đa hóa trị thơm hoặc anhydrit axit (A) của chúng ít nhất là hóa trị ba.
5. Chế phẩm chất tạo màu theo điểm 2, trong đó axit carboxylic đa hóa trị thơm hoặc anhydrit axit (A) của nó ít nhất là một loại được chọn từ nhóm bao gồm axit trimelitic, axit pyromelitic, và các anhydrit axit của chúng.
6. Chế phẩm chất tạo màu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó nhựa polyeste thơm là ít nhất một loại nhựa polyeste thơm được chọn từ nhóm bao gồm nhựa polyetylen terephtalat, nhựa polytrimetylen terephtalat, nhựa polybutylen terephtalat, nhựa polyetylen naphtalat, và nhựa polybutylen naphtalat.
7. Chế phẩm chất tạo màu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó chất màu là muội than.
8. Chế phẩm chất tạo màu theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó chất màu nằm trong phạm vi từ 0,1 đến 150 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của nhựa polyeste thơm, và có 0,8 đến 100 phần khối lượng của chất phụ gia trên cơ sở este.
9. Chế phẩm nhựa polyeste thơm, khác biệt ở chỗ, chế phẩm nhựa này được sản xuất bằng cách nhào trộn nóng chảy chế phẩm chất tạo màu theo điểm bất kỳ trong số các

điểm từ 1 đến 8 và nhựa polyeste thơm pha loãng.

10. Sản phẩm đúc, khác biệt ở chỗ, sản phẩm đúc này được sản xuất bằng cách đúc chế phẩm nhựa polyeste thơm theo điểm 9.

11. Chất hóa dẻo dùng cho nhựa polyeste thơm, khác biệt ở chỗ, chất hóa dẻo là este alkyl axit polycarboxylic thơm, trong đó mạch alkyl của este alkyl là alkyl mạch thẳng có số nguyên tử cacbon từ 20 đến 26.

**Hình 1****Hình 2**