



(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)



1-0030402

(51)⁷ B29C 45/00

(13) B

(21) 1-2015-02028

(22) 08/06/2015

(30) EP14171526.8 06/06/2014 EP

(45) 25/12/2021 405

(43) 26/10/2015 331A

(73) EMS-Patent AG (CH)

Via Innovativa 1, CH-7013 Domat/Ems, Switzerland

(72) Dr. Botho HOFFMANN (CH); Alexander LAMPE (CH); Etienne AEPLI (CH).

(74) Công ty TNHH T&T INVENMARK Sở hữu trí tuệ Quốc tế (T&T INVENMARK CO., LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP ĐÚC PHUN ÁP LỰC THẤP POLYAMIT VÔ ĐỊNH HÌNH
HOẶC VI TINH THỂ

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp đúc phun áp lực thấp polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể, trong đó khối nóng chảy polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể được gia công và đúc phun trong các điều kiện cụ thể. Bằng cách đó, sản phẩm đúc áp lực thấp được làm bằng polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể có thể được tạo ra bằng cách đúc phun. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến sản phẩm đúc phun thu được tương ứng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp đúc phun áp lực thấp polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể, trong đó khối nóng chảy polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể được gia công và đúc phun trong các điều kiện cụ thể. Do đó, sản phẩm đúc áp lực thấp được làm bằng polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể có thể được tạo ra bằng cách đúc phun. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến sản phẩm đúc thu được tương ứng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các phương pháp để đúc phun hợp chất đúc polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể là đã biết trong lĩnh vực này. Ví dụ, EP 1369447 A1 mô tả phương pháp gia công polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể, ví dụ như PA MACM12 hoặc PA MACM12/PACM12, với các tỷ lệ MACM/PACM khác nhau bằng phương pháp đúc phun.

Cũng như vậy, EP 1397414 A1, EP 1979396 A1 và EP 2055743 A1 cũng mô tả phương pháp tương ứng để gia công polyamit vô định hình.

Nói chung, trong phương pháp đúc phun, nhiệt độ của hợp chất đúc để phun và nhiệt độ khuôn đúc được quy định. Ngoài ra, các thông số, ví dụ như áp lực phun, tốc độ phun, đối áp hoặc áp lực giữ có thể được thay đổi. Tuy nhiên, cho tới nay, vẫn chưa nhận thấy là sự phối hợp của các thông số này với mỗi thông số khác có thể có tác động lên các đặc tính của sản phẩm đúc phun. Cụ thể, vẫn khó hiểu ở chỗ trong trường hợp sản phẩm đúc thu được từ hợp chất đúc vô định hình hoặc vi tinh thể bằng cách đúc phun, có thể quan sát được tính ổn định chống rạn nứt ở áp lực thấp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, đối tượng của sáng chế là phương pháp đúc phun polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể, trong đó độ ổn định chống rạn nứt dưới tác dụng của áp lực trong sản phẩm đúc thu được có thể được cải thiện một cách đáng kể.

Mục đích này có thể đạt được bằng phương pháp đúc phun polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể theo điểm 1 yêu cầu bảo hộ. Phương pháp này đặc trưng ở chỗ

khối nóng chảy polyamit, bao gồm polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể hoặc hỗn hợp của ít nhất hai polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể, được đúc phun nhờ khuôn đúc phun, và trong quá trình đúc phun: khối nóng chảy polyamit được điều chỉnh đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 255 đến 310°C, nhiệt độ của khuôn đúc phun được điều chỉnh đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 120°C và tốc độ phun khối nóng chảy polyamit được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 10 đến 50mm/giây.

Theo đó, yêu cầu bảo hộ độc lập này thể hiện các cải tiến có lợi.

Mô tả chi tiết sáng chế

Do đó, sáng chế đề cập đến phương pháp đúc phun áp lực thấp polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể, trong đó khối nóng chảy polyamit, chứa polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể hoặc hỗn hợp của ít nhất hai polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể, được đúc phun bằng khuôn đúc phun, khối nóng chảy polyamit được điều chỉnh, trong quá trình đúc phun, đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 255 đến 310°C, nhiệt độ của khuôn đúc phun được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 50 đến 120°C và tốc độ phun khối nóng chảy polyamit được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 10 đến 50mm/giây.

Ngạc nhiên là, đã chứng minh được rằng sự phối hợp của ba thông số đặc biệt của phương pháp đúc phun, đó là điều chỉnh khối nóng chảy polyamit và điều chỉnh khuôn đúc phun đến nhiệt độ cụ thể, phối hợp với tốc độ phun khối nóng chảy polyamit, dẫn đến cải thiện đáng kể giá trị độ ổn định chống rạn nứt dưới tác dụng của áp lực của sản phẩm đúc thu được. Do đó, thực chất là cần phối hợp ba thông số này ở các khoảng giới hạn được chỉ ra trong yêu cầu bảo hộ 1. Chỉ bằng cách này mới thu được các lợi ích theo sáng chế.

Polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể có nhiệt nóng chảy tối đa bằng 30J/g, tốt hơn là tối đa bằng 25J/g, được ưu tiên đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0 đến 22J/g, như được đo bằng phương pháp đo nhiệt lượng bằng phương pháp quét vi sai động (DSC: differential scanning calorimetry) theo tiêu chuẩn ISO 11357, ở tốc độ gia nhiệt bằng 20K/phút.

Polyamit vi tinh thể là polyamit kết tinh một phần và do đó có điểm nóng chảy.

So với polyamit vi tinh thể, polyamit vô định hình có nhiệt nóng chảy còn thấp hơn. Polyamit vô định hình có nhiệt nóng chảy tối đa bằng 5J/g, tốt hơn là tối đa bằng

3J/g, đặc biệt được ưu tiên là nằm trong khoảng từ 0 đến 1J/g như được đo bằng phương pháp đo nhiệt lượng bằng phương pháp quét vi sai động (DSC: differential scanning calorimetry) theo tiêu chuẩn ISO 11357, ở tốc độ gia nhiệt bằng 20K/phút.

Theo phương án được ưu tiên, tốc độ phun khối nóng chảy polyamit trong quá trình đúc phun được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 15 đến 35mm/giây, tốt hơn là từ 18 đến 30mm/giây.

Do đó, nhiệt độ được ưu tiên của khối nóng chảy polyamit trong quá trình đúc phun nằm trong khoảng từ 260 đến 295°C, tốt hơn là từ 270 đến 290°C.

Có lợi nếu, nhiệt độ của khuôn đúc phun trong quá trình đúc phun nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt hơn là từ 70 đến 90°C.

Ngoài ba thông số cơ bản nêu trên, các giá trị sau cũng có thể được điều chỉnh đối với các thông số còn lại trong quá trình đúc phun.

Cụ thể, áp lực phun trong quá trình đúc phun được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 800bar ($8 \cdot 10^4$ kPa) đến 1500bar ($15 \cdot 10^4$ kPa), tốt hơn là từ 900bar ($9 \cdot 10^4$ kPa) đến 1400bar ($14 \cdot 10^4$ kPa), đặc biệt được ưu tiên là từ 1000bar ($10 \cdot 10^4$ kPa) đến 1300bar ($13 \cdot 10^4$ kPa).

Cũng như vậy, trong quá trình đúc phun, được ưu tiên là điều chỉnh áp lực động đến giá trị nằm trong khoảng từ 50bar ($5 \cdot 10^3$ kPa) đến 200bar ($20 \cdot 10^3$ kPa), tốt hơn là từ 70bar ($7 \cdot 10^3$ kPa) đến 150bar ($15 \cdot 10^3$ kPa), đặc biệt được ưu tiên là từ 100bar ($10 \cdot 10^3$ kPa) đến 130bar ($13 \cdot 10^3$ kPa).

Ngoài ra hoặc theo cách khác, áp lực giữ có thể được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 400bar ($4 \cdot 10^4$ kPa) đến 800bar ($8 \cdot 10^4$ kPa), tốt hơn là từ 500bar ($5 \cdot 10^4$ kPa) đến 700bar ($7 \cdot 10^4$ kPa), đặc biệt được ưu tiên là từ 550bar ($5,5 \cdot 10^4$ kPa) đến 650bar ($6,5 \cdot 10^4$ kPa), trong quá trình đúc phun.

Bằng cách đó, quá trình đúc phun được thực hiện cụ thể trên thiết bị đúc phun thông thường. Thiết bị này có vít tải để vận chuyển khối nóng chảy polyamit. Do đó, tốt hơn nếu thiết bị này có vít tải chuẩn 3 vùng (3-zone) có đường kính nằm trong khoảng từ 20 đến 40mm. Cụ thể, vận tốc vòng của vít tải chuyên chở được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 0,20 đến 0,50m/giây, tốt hơn là từ 0,25 đến 0,42m/giây, đặc biệt được ưu tiên là từ 0,28 đến 0,35m/giây.

Tốt hơn là, thời gian lưu của khối nóng chảy polyamit trong xy lanh của thiết bị đúc phun nằm trong khoảng từ 0,5 đến 6 phút, tốt hơn là từ 0,75 đến 5 phút, đặc biệt

được ưu tiên là từ 1 đến 3 phút.

Về polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể, sáng chế không bị hạn chế theo bất kỳ cách nào. Do đó, tốt hơn nếu polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể được chọn từ nhóm bao gồm polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (đo theo tiêu chuẩn ISO 11357) nằm trong khoảng từ 125 đến 210°C, tốt hơn là từ 145 đến 200°C, đặc biệt được ưu tiên là từ 150 đến 190°C.

Cụ thể, polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể được tạo ra từ ít nhất một hợp chất diamin, được chọn từ nhóm bao gồm etylendiamin, butandiamin, pentandiamin, methylpentandiamin, hexametylendiamin, octandiamin, metyloctandiamin, nonandiamin, decandiamin, undecandiamin, dodecandiamin, trimethylhexametylendiamin, bis(aminoxyclohexyl)metan và dẫn xuất alkyl của nó, bis(aminoxyclohexyl)propan và dẫn xuất alkyl của nó, isophorondiamin, norbornandiamin, bis(aminometyl)norbornan, xylylendiamin, xyclohexandiamin, bis(aminometyl)xyclohexan và dẫn xuất alkyl của nó, và ít nhất một axit dicarboxylic được chọn từ nhóm bao gồm axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit pimelic, axit suberic, axit azeleic, axit sebasic, axit undecandioic, axit dodecandioic, axit brassylic, axit tetradecandioic, axit pentadecandioic, axit hexadecandioic, axit heptadecandioic, axit octadecandioic, axit nonadecandioic, axit eicosandioic, axit japanic, axit xyclohexan dicarboxylic, axit phenylindan dicarboxylic, axit phenylendioxydiacetic, axit dime béo có 36 hoặc 44 nguyên tử cacbon, axit isophtalic, axit terephthalic, axit naphtalen dicarboxylic, và có thể có ít nhất một lactam có từ 4 đến 15 nguyên tử cacbon và/hoặc axit α,ω -amino có từ 4 đến 15 nguyên tử cacbon.

Diamin được ưu tiên đặc biệt là hexametylendiamin, trimethylhexametylendiamin, 2-metyl-1,5-pentandiamin, bis(4-amino-3-methylxyclohexyl)metan (gọi tắt là MACM), bis(4-aminoxyclohexyl)metan (gọi tắt là PACM), bis(4-amino-3-ethylxyclohexyl)metan, bis(4-amino-3,5-dimethylxyclohexyl)metan (gọi tắt là TMDC), 2,2-(4,4'-diaminodixyclohexyl)propan, isophorondiamin, norbornandiamin, m-xylylendiamin (gọi tắt là MXD) và 1,3-bis(aminometyl)xyclohexan (gọi tắt là 1,3-BAC).

Axit dicarboxylic được ưu tiên đặc biệt là axit adipic, axit azeleic, axit sebasic, axit 1,12-dodecandioic, axit brassylic, axit 1,14-tetradecandioic, axit 1,15-pentadecandioic, axit 1,16-hexadecandioic, axit 1,18-octadecandioic, axit 1,3-

xyclohexan dicarboxylic, axit 1,4-xyclohexan dicarboxylic, axit phenylindan dicarboxylic, axit 1,4-phenylendioxydiacetate, axit 1,3-phenylendioxydiacetate, axit dime béo có 36 hoặc 44 nguyên tử cacbon, axit isophthalic (gọi tắt là I), axit terephthalic (gọi tắt là T) và axit 2,6-naphtalen dicarboxylic (gọi tắt là N).

Lactam được ưu tiên đặc biệt là lactam hoặc axit α,ω -amino có 4, 6, 7, 8, 11 hoặc 12 nguyên tử cacbon. Đó là các lactam pyrrolidin-2-on (4 nguyên tử cacbon), ϵ -caprolactam (6 nguyên tử cacbon), oenanthlactam (7 nguyên tử cacbon), capryllactam (8 nguyên tử cacbon), laurinlactam (12 nguyên tử cacbon) hoặc axit α,ω -amino 1,4-aminobutanoic, axit 1,6-aminohexanoic, axit 1,7- aminoheptanoic, axit 1,8-aminooctanoic, axit 1,11-aminoundecanoic và axit 1,12-aminododecanoic.

Cụ thể, được ưu tiên nếu polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể được chọn từ nhóm bao gồm PA 6I, PA 6I/6T, PA 6I/6T/6N, PA MXDI/6I, PA MXDI/MXDT/6I/6T, PA MXDI/12I, PA MXDI, PA, MXDI/MXD6, PA MACM10, PA MACM12, PA MACM14, PA MACM18, PA NDT/INDT, PA TMDC10, PA TMDC12, PA TMDC14, PA TMDC18, PA PACM12, PA PACM10/11, PA PACM10/12, PA MACMI/12, PA MACMT/12, PA MACMI/MACM12, PA MACMI/MACMN, PA MACMT/MACM12, PA MACMT/MACMN, PA MACM36, PA TMDC36, PA MACMI/MACM36, PA 6I/MACMI/12, PA MACMT/MACM36, PA MACMI/MACMT/12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/12, PA MACM6/11, PA MACM6/12, PA MACM10/11, PA MACM10/12, PA MACM10/1010, PA MACM12/1012, PA MACM14/1014, PA MACM18/1018, PA MACM12/1212, PA 6I/6T MACMI/MACMT/MACM12/612, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/MACM12, PA MACMI/MACMT/MACM12/12, PA MACMI/MACMT/MACM12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/12, PA 6I/6T/6N/MACMI/MACMT/MACMN và hỗn hợp hoặc copolyme của chúng, MACM có thể được thay thế với lượng đến tối đa 25% mol, tương đối với tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome bằng 100% mol, bằng PACM và/hoặc thay thế toàn bộ hoặc một phần laurinlactam bằng caprolactam.

Về lượng axit naphtalen dicarboxylic, một lượng tối đa 10% mol, so với tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome bằng 100% mol, là được ưu tiên.

Hàm lượng của lactam và/hoặc axit α,ω -amino của polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể nằm trong khoảng từ 0 đến 40% mol, tốt hơn là từ 0 đến 30% mol, so với

tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome bằng 100% mol.

Polyamit vô định hình đặc biệt được ưu tiên là:

PA MXDI/6I, PA MXDI/MXD6, PA MACM10, PA MACM12, PA MACM12/PACM12, PA MACM14, PA MACM14/PACM14, PA MACM18, PA TMDC12, PA TMDC14, PA TMDC18, PA MACMI/12, PA MACMI/MACM12, PA MACMI/MACMT/12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT, PA MACM10/1010, PA MACM14/1014, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/MACM12, PA MACMI/MACMT/MACM12/12, PA MACMI/MACMT/MACM12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/PACMI/PACMT/12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/MACM12/PACMI/PACMT/PACM12 và hỗn hợp hoặc copolyme của chúng, hàm lượng của PACM tối đa bằng 25% mol, so với tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome bằng 100% mol.

Tốt hơn, nếu tỷ lệ của PACM trong PA MACM12/PACM12 nằm trong khoảng từ 1 đến 25% mol, trong đó tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome bằng 100% mol. PA MACM12/PACM12 có tối đa 25% mol PACM là vô định hình.

Tốt hơn, nếu tỷ lệ của PACM trong PA MACM14/PACM14 nằm trong khoảng từ 1 đến 25% mol, tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome là 100% mol. PA MACM14/PACM14 có tối đa 25% mol PACM là vô định hình.

Trong số các PA MACMI/12, PA MACMI/12 nào có tỷ lệ laurinlactam nằm trong khoảng từ 15 đến 50% mol là được ưu tiên, trong đó tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome bằng 100% mol. Đặc biệt được ưu tiên là PA MACMI/12 có tỷ lệ laurinlactam nằm trong khoảng từ 20 đến 40% mol. Được ưu tiên đặc biệt là PA MACMI/12 có tỷ lệ laurinlactam bằng 19% mol hoặc 35% mol.

Trong số các PA MACMI/MACMT/12, PA MACMI/MACMT/12 nào có tỷ lệ đương lượng mol của axit isophtalic và axit terephtalic và tỷ lệ của laurinlactam nằm trong khoảng từ 15 đến 40% mol là được ưu tiên, trong đó tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome bằng 100% mol. Được ưu tiên đặc biệt là PA MACMI/MACMT/12 có tỷ lệ đương lượng mol của axit isophtalic và axit terephtalic và tỷ lệ của laurinlactam nằm trong khoảng từ 20 đến 30% mol. Được ưu tiên đặc biệt là PA MACMI/MACMT/12 có tỷ lệ mol 38/38/24.

Trong số các PA 6I/6T/MACMI/MACMT/12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/12 nào có tỷ lệ đương lượng mol của axit isophtalic và axit terephtalic và tỷ lệ của

laurinlactam nằm trong khoảng từ 1 đến 25% mol là được ưu tiên, trong đó tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome bằng 100% mol. Được ưu tiên đặc biệt là PA 6I/6T/MACMI/MACMT/12 có tỷ lệ đương lượng mol của axit isophthalic và axit terephthalic và tỷ lệ của laurinlactam nằm trong khoảng từ 2 đến 15% mol. Được ưu tiên đặc biệt là PA 6I/6T/MACMI/MACMT/12 có tỷ lệ mol 34/34/14/14/4.

Trong số các PA 6I/6T/MACMI/MACMT/PACMI/PACMT/12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/PACMI/PACMT/12 nào có tỷ lệ đương lượng mol của axit isophthalic và axit terephthalic và tỷ lệ của laurinlactam nằm trong khoảng từ 1 đến 25% mol là được ưu tiên, trong đó tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome bằng 100% mol. Được ưu tiên đặc biệt là PA 6I/6T/MACMI/MACMT/PACMI/PACMT/12 có tỷ lệ đương lượng mol của axit isophthalic và axit terephthalic và tỷ lệ của laurinlactam nằm trong khoảng từ 2 đến 15% mol. Được ưu tiên đặc biệt là PA 6I/6T/MACMI/MACMT/PACMI/PACMT/12 có tỷ lệ đương lượng mol của axit isophthalic và axit terephthalic, tỷ lệ của PACM nằm trong khoảng từ 2 đến 7% mol và tỷ lệ của laurinlactam nằm trong khoảng từ 2 đến 7% mol.

Trong số các PA MACMI/MACMT/MACM/12, PA MACMI/MACMT/MACM/12 nào có tỷ lệ đương lượng mol của axit isophthalic và axit terephthalic và tỷ lệ của axit dodecandioic nằm trong khoảng từ 30 đến 60% mol là được ưu tiên, trong đó tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome bằng 100% mol. Được ưu tiên đặc biệt là PA MACMI/MACMT/MACM/12 có tỷ lệ đương lượng mol của axit isophthalic và axit terephthalic và tỷ lệ của axit dodecandioic nằm trong khoảng từ 40 đến 50% mol. Được ưu tiên đặc biệt là PA MACMI/MACMT/MACM/12 có tỷ lệ mol 27/27/46.

Nếu các polyamit chỉ chứa diaxit và diamin, thì tỷ lệ mol của chúng thêm vào đến 50% mol đối với tổng của toàn bộ diamin và 50% mol đối với tổng của toàn bộ diaxit và tổng của tỷ lệ diamin và diaxit bằng 100% mol đối với polyamit.

Nếu polyamit, ngoài diaxit và diamin, còn chứa lactam hoặc axit α,ω - amino ở mức x% mol, thì tổng của toàn bộ diamin chỉ bằng $(50 - 0,5 x)\%$ mol và tổng của toàn bộ diaxit $(50 - 0,5 x)\%$ mol, so với 100% mol polyamit.

Trong trường hợp số lượng liên quan đến diaxit và diamin của polyamit, luôn áp dụng là tổng tỷ lệ mol của toàn bộ diamin bằng với tổng tỷ lệ mol của toàn bộ diaxit.

Do đó, số lượng monome nên được hiểu là số lượng sao cho ngoài tỷ lệ mol

tương ứng của các monome này được sử dụng trong quá trình đa ngưng tụ được gấp lần nữa trong polyamit được tạo ra theo cách này bằng cách đa ngưng tụ.

Polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể hoặc hỗn hợp của polyamit béo vô định hình hoặc vi tinh thể và kết tinh một phần có độ truyền ánh sáng, đo được theo tiêu chuẩn ASTM D 1003 trên tấm có độ dày 2mm (được tạo ra trong khuôn đúc có độ bóng cao trong lúc duy trì được các thông số đúc phun nêu trong đơn), ít nhất bằng 80%, tốt hơn là ít nhất bằng 85%, đặc biệt được ưu tiên là ít nhất bằng 88% và còn đặc biệt được ưu tiên hơn nữa là ít nhất bằng 90%, và do đó độ truyền qua cao. Polyamit kết tinh một phần có thể được sử dụng dưới dạng hỗn hợp thành phần đối với polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể.

Trong hỗn hợp bao gồm polyamit béo vô định hình hoặc vi tinh thể và kết tinh một phần, từ 2 đến 28% trọng lượng, tốt hơn là từ 3 đến 25% trọng lượng, đặc biệt được ưu tiên là từ 10 đến 20% trọng lượng, polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể được thay thế bằng ít nhất một polyamit kết tinh một phần.

Tốt hơn, nếu polyamit béo kết tinh một phần được chọn từ nhóm PA 6, PA 46, PA 49, PA 410, PA 411, PA 412, PA 413, PA 414, PA 415, PA 416, PA 418, PA 436, PA 66, PA 69, PA 610, PA 611, PA 612, PA 613, PA 614, PA 615, PA 616, PA 617, PA 618, PA 1010, PA 66/6, PA 6/66/12, PA 6/12, PA 11, PA 12, PA 912, PA 1212, PA MXD6, PA MXD9, PA MXD10, PA MXD11, PA MXD12, PA MXD13, PA MXD14, PA MXD15, PA MXD16, PA MXD17, PA MXD18, PA MXD36, PA PACM9, PA PACM10, PA PACM11, PA PACM12, PA PACM13, PA PACM14, PA PACM15, PA PACM16, PA PACM17, PA PACM18, PA PACM36, polyete amit, polyete este amit, polyeste amit và hỗn hợp hoặc copolyme của chúng.

Được ưu tiên đặc biệt là polyamit béo kết tinh một phần được chọn từ nhóm PA 6, PA 69, PA 610, PA 612, PA 614, PA 1010, PA 1212, PA 6/66/12, PA 6/66, PA 6/12, PA 11, PA/12, polyete amit và polyete este amit.

Tuy nhiên, cũng như vậy đặc biệt được ưu tiên là nếu khối nóng chảy được xử lý theo phương pháp đúc phun chỉ chứa riêng polyamit vô định hình hoặc hỗn hợp của nhiều polyamit vô định hình.

Việc gọi tên và viết tắt đối với polyamit và các monome của nó được ghi rõ trong tiêu chuẩn ISO 1874-1:1992(E).

Tốt hơn, nếu độ nhớt tương đối (RV: Relative Viscosity) của polyamit vô định

hình nằm trong khoảng từ 1,35 đến 2,15, tốt hơn là từ 1,40 đến 1,85, đặc biệt được ưu tiên là từ 1,45 đến 1,75, đo bằng 0,5g trong 100ml m-cresol ở 20°C.

Độ nhớt tương đối (RV) của polyamit béo kết tinh một phần tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,40 đến 2,15, tốt hơn là từ 1,45 đến 2,0, đặc biệt được ưu tiên là từ 1,50 đến 1,90, đo bằng 0,5g trong 100ml m-cresol ở 20°C.

Polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể hoặc hỗn hợp của polyamit béo vô định hình hoặc vi tinh thể và kết tinh một phần còn có thể chứa thêm các chất phụ gia, cụ thể được chọn từ nhóm bao gồm chất xúc tác ngưng tụ, chất chuyển mạch, chất khử bọt, chất làm ổn định vô cơ, chất làm ổn định hữu cơ, chất làm trơn, chất màu, chất đánh dấu, chất nhuộm màu, chất màu, chất tạo hạt nhân, chất làm chậm sự kết tinh, chất chống tĩnh điện, chất tháo khuôn, chất tẩy trắng quang, silicat phân lớp tự nhiên, silicat phân lớp tổng hợp và hỗn hợp của chúng.

Ví dụ, chất chống oxy hóa, chất chống ozon, chất chống ánh sáng, chất làm ổn định UV, chất hấp thụ UV hoặc chất ức chế UV có thể được sử dụng trong polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể làm chất làm ổn định hoặc chất chống già hóa.

Tốt hơn, nếu các chất phụ gia khác có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 6% trọng lượng, so với tổng lượng hợp chất đúc polyamit.

Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến sản phẩm đúc có thể được tạo ra theo phương pháp nêu trên. Do đó, sản phẩm đúc thu được từ polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể hoặc hỗn hợp của ít nhất hai polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể. Sản phẩm đúc theo sáng chế được nhận ra bởi sự gia tăng của độ ổn định chống nứt vỡ dưới tác dụng của áp lực, so với sản phẩm đúc được làm bằng polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể hoặc hỗn hợp của ít nhất hai polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể không được sản xuất theo phương pháp nêu trên. Do đó, tốt hơn nếu việc đo độ ổn định chống nứt vỡ dưới tác dụng của áp lực được thực hiện trong isopropanol hoặc pyrrolidon.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được giải thích chi tiết hơn trong các ví dụ dưới đây mà không làm giới hạn sáng chế ở các thông số đặc biệt đã thể hiện.

Để nghiên cứu sự ảnh hưởng của các thông số khác nhau của phương pháp đúc phun, cụ thể nhiệt độ của hợp chất, nhiệt độ khuôn đúc, tốc độ phun, áp lực phun, đối áp, áp lực giữ và vận tốc vòng của vít tải, lên độ ổn định chống nứt vỡ dưới tác dụng

của áp lực của sản phẩm đúc thu được bởi phương pháp đúc phun tương ứng, các thử nghiệm đúc phun tiếp theo được thực hiện với nhiều polyamit vô định hình khác nhau.

Mẫu thử ISO: chuẩn ISO/CD 3167, loại A1, 170 x 20/10 x 4mm được chọn làm sản phẩm đúc.

Các mẫu thử ISO được tạo ra trong thiết bị đúc phun của công ty Arburg, Modell Allrounder 420 C 1000-250 có vít tải chuẩn 3 vùng có đường kính 25mm. Các thông số đúc khuôn được thể hiện trong Bảng 2 được sử dụng.

Mẫu thử ISO được sử dụng ở trạng thái khô; đối với mục đích này, chúng được bảo quản, sau khi đúc phun, trong ít nhất 48 giờ ở nhiệt độ trong phòng trong môi trường khô, tức là trên silicagel.

Các phương pháp đo được sử dụng trong bản mô tả:

Mô đun đàn hồi khi kéo:

ISO 527 có vận tốc kéo bằng 1mm/phút.

Mẫu thử ISO, chuẩn: ISO/CD 3167, loại A1, 170 x 20/10 x 4mm, nhiệt độ 23°C

Độ nhớt tương đối: ISO 307

Hạt

0,5g trong 100ml m-cresol

Nhiệt độ 20°C

Tính độ nhớt tương đối (RV) theo công thức $RV = t/t_0$ sau phần 11 của chuẩn.

Điểm nóng chảy, nhiệt nóng chảy và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (Tg):

ISO 11357

Hạt

Phép đo nhiệt lượng bằng phương pháp quét vi sai (DSC: Differential Scanning Calorimetry) được thực hiện ở tốc độ gia nhiệt bằng 20K/phút. Tại điểm nóng chảy, nhiệt độ được chỉ ra tại đỉnh lớn nhất. Điểm giữa của khoảng chuyển hóa thủy tinh được chỉ ra là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (Tg) được xác định theo phương pháp “một nửa chiều cao đỉnh”.

Độ ổn định chống nứt vỡ dưới tác dụng của áp lực:

DIN 53449, phần 3 phương pháp các định độ bền uốn

Mẫu thử ISO, chuẩn: ISO/CD 3167, loại A1, 170 x 20/10 x 4mm, nhiệt độ 23°C

Độ giãn dài thớ ngoài được đo, tại đó, sau 60 giây nhúng chìm mẫu thử ISO, dưới áp lực, trong dung môi, có thể nhìn thấy được các khe nứt bằng mắt

thường.

Để chuyển độ giãn dài thớ ngoài thành áp lực chỉ thị, giá trị phần trăm thu được của độ giãn dài thớ ngoài được tăng lên bởi môđun đàn hồi khi kéo (khô, MPa) của vật liệu được đo.

Độ truyền ánh sáng:

ASTM D 1003

Mẫu có độ dày 2mm, kích thước 60 x 60mm

Nhiệt độ 23°C

Dụng cụ đo Haze Gard plus của công ty Byk Gardner với đèn CIE loại C. Giá trị độ truyền ánh sáng được tính theo % lượng ánh sáng bức xạ.

Bảng 1 cho biết vật liệu được sử dụng trong các ví dụ và ví dụ so sánh:

Bảng 1

Vật liệu	Mô tả	Nhà sản xuất
Polyamit A1	polyamit vô định hình MACM12 được điều chế từ bis(3-metyl-4-aminoxyclohexyl)metan và axit dodecandioic RV=1,70 (đo bằng 0,5g trong 100ml m-cresol ở 20°C) nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh 155°C môđun đàn hồi khi kéo, khô, ở 23°C, bằng 1600MPa	EMS-CHEMIE AG, Switzerland
Polyamit A2	polyamit vô định hình MACMI/MACMT/12 với tỷ lệ mol bằng 38/38/24 được điều chế từ bis(3-metyl-4-aminoxyclohexyl)metan, axit isophthalic, axit terephthalic và laurinlactam RV=1,53 (đo bằng 0,5g trong 100ml m-cresol ở 20°C)	EMS-CHEMIE AG, Switzerland
Polyamit A3	polyamit vô định hình MACMI/MACMT/MACM12 với tỷ lệ mol bằng 27/27/46 được điều chế từ bis(3-metyl-4-aminoxyclohexyl)metan, axit isophthalic, axit terephthalic và axit	EMS-CHEMIE AG, Switzerland

	dodecandioic RV=1,54 (đo bằng 0,5g trong 100ml m-cresol ở 20°C) nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh 200°C mô đun đàn hồi khi kéo, khô, ở 23°C bằng 2100MPa	
--	--	--

Để xác định áp lực đầu ra trong quá trình đúc phun, mẫu thử ISO làm bằng các polyamit vô định hình khác nhau đã mô tả trong Bảng 1 được tạo ra bằng phương pháp đúc phun. Các thông số riêng rẽ đối với phương pháp đúc phun tương ứng được thể hiện trong Bảng 2. Độ ổn định chống nứt vỡ dưới tác dụng của áp lực được đo trong hai dung môi khác nhau. Ngạc nhiên là, có thể thấy rằng độ ổn định chống nứt vỡ dưới tác dụng của áp lực (ví dụ, được đo trong isopropanol hoặc pyrrolidon), trong trường hợp mẫu thử ISO được tạo ra theo sáng chế, trong đó sự phối hợp chính xác của nhiệt độ hợp chất, nhiệt độ khuôn đúc và tốc độ phun bị ảnh hưởng, lại trở nên cao hơn đáng kể so với trường hợp các ví dụ so sánh trong đó các thông số khác nhau được sử dụng trong phương pháp đúc phun.

Bảng 2: ví dụ và ví dụ so sánh

Thông số đúc phun	Đơn vị	Ví dụ			Ví dụ so sánh			
		1	2	3	4	5	6	7
Polyamit	-	A1	A2	A3	A1	A1	A2	A3
Nhiệt độ hợp chất	°C	275	290	290	255	265	290	290
Nhiệt độ khuôn đúc	°C	70	90	90	50	60	90	90
Áp lực phun	bar	1000	1300	1300	1500	1000	1300	1300
Tốc độ phun	mm/giây	20	20	20	60	90	90	90
Đối áp	bar	120	120	120	50	120	120	120
Áp lực giữ	bar	600	600	600	1000	1000	1100	1100
Vận tốc vòng của vít tải	m/giây	0,30	0,30	0,30	0,40	0,30	0,30	0,30

Thử nghiệm độ ổn định chống nứt vỡ dưới tác dụng của áp lực	-							
Isopropanol	MPa	12	22	17	0	0	17	5
Pyrolidon	MPa	20	11	21	16	16	0	10

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp đúc phun áp lực thấp polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể, trong đó khối nóng chảy polyamit, bao gồm polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể hoặc hỗn hợp của ít nhất hai polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể, được đúc phun nhờ khuôn đúc phun, trong đó trong quá trình đúc phun:

khối nóng chảy polyamit được điều chỉnh đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 255 đến 310°C,

nhiệt độ của khuôn đúc phun được điều chỉnh đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 120°C và

tốc độ phun khối nóng chảy polyamit được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 10 đến 50mm/giây.

2. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, trong quá trình đúc phun, tốc độ phun khối nóng chảy polyamit được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 15 đến 35mm/giây, tốt hơn là từ 18 đến 30mm/giây.

3. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, trong quá trình đúc phun, khối nóng chảy polyamit được điều chỉnh đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 260 đến 295°C, tốt hơn là từ 270 đến 290°C.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, trong quá trình đúc phun, nhiệt độ của quá trình đúc phun được điều chỉnh đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt hơn là từ 70 đến 90°C.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, trong quá trình đúc phun, áp lực phun được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 800bar ($8 \cdot 10^4$ kPa) đến 1500bar ($15 \cdot 10^4$ kPa), tốt hơn là từ 900bar ($9 \cdot 10^4$ kPa) đến 1400bar ($14 \cdot 10^4$ kPa), đặc biệt được ưu tiên là từ 1000bar ($10 \cdot 10^4$ kPa) đến 1300bar ($13 \cdot 10^4$ kPa).

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, trong

quá trình đúc phun, đôi áp được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 50bar (5.10^3kPa) đến 200bar (20.10^3kPa), tốt hơn là từ 70bar (7.10^3kPa) đến 150bar (15.10^3kPa), đặc biệt được ưu tiên là từ 100bar (10.10^3kPa) đến 130 bar (13.10^3kPa).

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, trong quá trình đúc phun, áp lực giữ được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 400bar (4.10^4kPa) đến 800bar (8.10^4kPa), tốt hơn là từ 500bar (5.10^4kPa) đến 700bar (7.10^4kPa), đặc biệt được ưu tiên là 550bar ($5,5.10^4\text{kPa}$) đến 650bar ($6,5.10^4\text{kPa}$).

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, trong quá trình đúc phun, vận tốc vòng của vít tải được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 0,20 đến 0,50m/giây, tốt hơn là từ 0,25 đến 0,42m/giây, đặc biệt được ưu tiên là từ 0,28 đến 0,35m/giây.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, thời gian lưu của khối nóng chảy polyamit trong xy lanh của thiết bị đúc phun được điều chỉnh đến giá trị nằm trong khoảng từ 0,5 đến 6 phút, tốt hơn là từ 0,75 đến 5 phút, đặc biệt được ưu tiên là từ 1 đến 3 phút.

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể được chọn từ nhóm bao gồm polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (đo theo tiêu chuẩn ISO 11357) nằm trong khoảng từ 125 đến 210°C, tốt hơn là từ 145 đến 200°C, đặc biệt được ưu tiên là từ 150 đến 190°C.

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể được tạo ra từ:

ít nhất một diamin, được chọn từ nhóm bao gồm etylendiamin, butandiamin, pentandiamin, metylpentandiamin, hexametylendiamin, octandiamin, metyloctandiamin, nonandiamin, decandiamin, undecandiamin, dodecandiamin, trimetylhexametylendiamin, bis(aminoxyclohexyl)metan và dẫn xuất alkyl của nó, bis(aminoxyclohexyl)propan và dẫn xuất alkyl của nó, isophorondiamin,

norbornandiamin, bis(aminometyl)norbornan, xylylendiamin, cyclohexandiamin, bis(aminometyl)cyclohexan và dẫn xuất alkyl của nó, và

ít nhất một axit dicarboxylic, được chọn từ nhóm bao gồm axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit pimelic, axit suberic, axit azeleic, axit sebasic, axit undecandioic, axit dodecandioic, axit brassylic, axit tetradecandioic, axit pentadecandioic, axit hexadecandioic, axit heptadecandioic, axit octadecandioic, axit nonadecandioic, axit eicosandioic, axit japanic, axit cyclohexandicarboxylic, axit phenylindan dicarboxylic, axit phenylendioxydiacetic, axit béo ở dạng dime có 36 hoặc 44 nguyên tử cacbon, axit isophtalic, axit terephthalic, axit naphtalen dicarboxylic, và tùy ý là ít nhất một lactam có từ 4 đến 15 nguyên tử cacbon và/hoặc axit α,ω -amino có từ 4 đến 15 nguyên tử cacbon.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể được chọn từ nhóm bao gồm PA 6I, PA 6I/6T, PA6I/6T/6N, PA MXDI/6I, PA MXDI/MXDT/6I/6T, PA MXDI/12I, PA MXDI, PA MXDI/MXD6, PA MACM10, PA MACM12, PA MACM14, PA MACM18, PA NDT/INDT, PA TMDC10, PA TMDC12, PA TMDC14, PA TMDC18, PA PACM12, PA PACM10/11, PA PACM10/12, PA MACMI/12, PA MACMT/12, PA MACMI/MACM12, PA MACMI/MACMN, PA MACMT/MACM12, PA MACMT/MACMN, PA MACM36, PA TMDC36, PA MACMI/MACM36, PA 6I/MACMI/12, PA MACMT/MACM36, PA MACMI/MACMT/12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/12, PA MACM6/11, PA MACM6/12, PA MACM10/11, PA MACM10/12, PA MACM10/1010, PA MACM12/1012, PA MACM14/1014, PA MACM18/1018, PA MACM12/1212, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/MACM12/612, PA6I/6T/MACMI/MACMT/MACM12, PA MACMI/MACMT/MACM12/12, PA MACMI/MACMT/MACM12, PA 6I/6T/MACMI/MACMT/12, PA 6I/6T/6N/MACMI/MACMT/MACMN và hỗn hợp hoặc copolyme của chúng, MACM có thể được thay thế đến tối đa 25% mol, so với tổng tỷ lệ mol của tất cả các monome bằng 100% mol, bằng PACM và/hoặc laurinelactam có thể được thay thế toàn bộ hoặc một phần bằng caprolactam.

13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ,

polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể được thay thế, với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 28% trọng lượng, bằng ít nhất một polyamit béo kết tinh một phần, ít nhất một polyamit béo kết tinh một phần này được chọn từ nhóm bao gồm PA 6, PA 46, PA 49, PA 410, PA 411, PA 412, PA 413, PA 414, PA 415, PA 416, PA 418, PA 436, PA 66, PA 69, PA 610, PA 611, PA 612, PA 613, PA 614, PA 615, PA 616, PA 617, PA 618, PA 1010, PA 66/6, PA 6/66/12, PA 6/12, PA 11, PA 12, PA 912, PA 1212, PA MXD6, PA MXD9, PA MXD10, PA MXD11, PA MXD12, PA MXD13, PA MXD14, PA MXD15, PA MXD16, PA MXD17, PA MXD18, PA MXD36, PA PACM9, PA PACM10, PA PACM11, PA PACM12, PA PACM13, PA PACM14, PA PACM15, PA PACM16, PA PACM17, PA PACM18, PA PACM36, PA PACM10/11, PA PACM10/12, polyete amit, polyete este amit, polyeste amit và hỗn hợp hoặc copolyme của chúng, cụ thể là PA 6, PA 69, PA 610, PA 612, PA 614, PA 1010, PA 1212, PA 6/66/12, PA 6/66, PA 6/12, PA 11, PA 12, polyete amit, polyete este amit và hỗn hợp hoặc copolyme của chúng.

14. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể được thay thế với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 25% trọng lượng, tốt hơn là từ 10 đến 20% trọng lượng, bằng ít nhất một polyamit béo kết tinh một phần.

15. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ polyamit vô định hình hoặc vi tinh thể còn chứa thêm chất phụ gia, cụ thể là được chọn từ nhóm bao gồm chất xúc tác ngưng tụ, chất chuyển mạch, chất khử bọt, chất làm ổn định vô cơ, chất làm ổn định hữu cơ, chất làm trơn, phẩm nhuộm, chất đánh dấu, chất mang màu, chất tạo màu, chất tạo hạt nhân, chất làm chậm sự kết tinh, chất chống tĩnh điện, chất tháo khuôn, chất tẩy trắng quang, silicat phân lớp tự nhiên, silicat phân lớp tổng hợp và hỗn hợp của chúng.