



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

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

(11)



1-0030931

(51)⁷ C08G 59/40; B32B 27/26; B32B 27/38; (13) B
C08G 59/24; C08G 59/32; B32B 27/20;
C08G 59/50; C08K 3/36; C08K 9/00;
C08K 9/06; C08L 63/00

(21) 1-2017-03295

(22) 10/03/2016

(86) PCT/EP2016/055162 10/03/2016

(87) WO 2016/150724 29/09/2016

(30) PCT/CN2015/075085 26/03/2015 CN

(45) 25/01/2022 406

(43) 26/02/2018 359A

(73) HUNTSMAN ADVANCED MATERIALS LICENSING (SWITZERLAND) GMBH
(CH)

Legal Services Department, Klybeckstrasse 200, 4057 Basel, Switzerland

(72) BEISELE, Christian (DE); LIU, Zhijian (CN); CHEN, Hongyan (CN);
HISHIKAWA, Satoru (JP).

(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)

(54) CHẾ PHẨM NHỰA EPOXY NHIỆT RẮN NHIỀU THÀNH PHẦN VÀ SẢN
PHẨM DÙNG NGOÀI TRỜI CHỨA CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn nhiều thành phần chứa:

(A) ít nhất một nhựa epoxy kiểu glycidyl xycloaliphatic không chứa nhóm este,

(B) ít nhất một chất đóng rắn được chọn từ nhóm amin béo, amin xycloaliphatic, và
dixyandiamit, và

(C) ít nhất một chất độn được silan hóa.

Chế phẩm này thích hợp để sản xuất các sản phẩm hệ cách điện ngoài trời dùng trong
kỹ thuật điện bằng các quy trình đúc, bọc, bao và ngâm tẩm, trong đó các sản phẩm này thể
hiện các tính chất cơ, điện và điện môi tốt, và có thể được sử dụng làm vật cách điện, ống
lót, thiết bị chuyển mạch và máy biến áp công cụ.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn nhiều thành phần và các sản phẩm dùng ngoài trời, chẳng hạn như hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện trong đó sử dụng chế phẩm nhựa epoxy. Các sản phẩm được bọc cách điện thu được thích hợp cho các ứng dụng ngoài trời dùng điện, thể hiện các tính chất cơ, điện và điện môi tốt, và có thể được sử dụng, ví dụ, làm vật cách điện, ống lót, thiết bị chuyển mạch và biến áp công cụ.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chế phẩm nhựa epoxy thường được sử dụng để sản xuất các hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện. Tuy nhiên, hầu hết các loại chế phẩm nhựa epoxy này sử dụng các anhydrit làm chất đóng rắn. Do sự phát triển của các khung pháp lý đối với hóa chất, việc sử dụng các anhydrit trong nhựa epoxy được dự đoán là sẽ bị hạn chế trong tương lai gần, do chúng bị gắn nhãn R42 (chất gây kích ứng hô hấp). Do đó, một số anhydrit đã có mặt trong danh sách SVHC (substances of very high concern – chất có nguy cơ rất cao) theo quy định REACH. Do đó, có thể là trong một vài năm tới những chất này sẽ không còn được sử dụng nữa nếu không có sự cho phép đặc biệt. Vì methyl hexahydrophthalic anhydrit (MHHPA) và hexahydrophthalic anhydrit (HHPA) được sử dụng rộng rãi làm chất đóng rắn chính trong nhựa epoxy xycloaliphatic dùng ngoài trời cho các ứng dụng cách điện, sẽ có nhu cầu tương lai đối với các giải pháp thay thế không bị xem là SVHC. Vì tất cả các anhydrit đã biết đều bị gắn nhãn R42 và thậm chí cả các anhydrit chưa biết cũng được dự đoán bởi các chuyên gia độc học là sẽ bị gắn nhãn R42, một giải pháp không chứa anhydrit là được mong đợi.

Các amin làm chất đóng rắn cho nhựa epoxy đã được biết rõ, cụ thể là, để sản xuất vật liệu composit. Tuy nhiên, chất đóng rắn là amin thường quá phản ứng để có thể xử lý trong các ứng dụng bọc hoặc bao điện. Khi trọng lượng chế phẩm nhựa epoxy được xử lý tăng, việc kiểm soát sự tỏa nhiệt trở nên cần thiết. Sự giải phóng nhiệt không kiểm soát từ quá trình đóng rắn của nhựa nhiệt rắn do trọng lượng của nó có thể dẫn đến suy giảm tính chất cơ học của nhựa nhiệt rắn, hoặc thậm chí dẫn đến sự phân hủy nhiệt của nhựa nhiệt rắn. Ngoài ra, sự suy giảm các tính chất cơ học của các

thành phần cấu trúc liên quan đến nhựa nhiệt rắn có khả năng xảy ra. Cụ thể, trong quy trình gel hóa áp lực tự động (automatic pressure gelation - APG), quan trọng là tạo ra nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt thấp hơn để kiểm soát đặc tính đóng rắn, tức là bề mặt gel hóa nằm bên trong khuôn. Đặc tính đóng rắn của chế phẩm nhựa epoxy là không thích hợp và nhiệt tỏa ra quá cao để ứng dụng trong APG khi sử dụng các amin làm chất đóng rắn.

Để ứng phó với vấn đề về đặc tính đóng rắn không thích hợp của nhựa epoxy chứa chất đóng rắn là amin, việc sử dụng các amin thơm được đề xuất. Tuy nhiên, ngày nay các amin thơm được xem là nằm trong danh sách chất bị cấm, điều này ngăn việc sử dụng chúng trong các ứng dụng bọc ngoài hoặc ứng dụng đúc. Như đã nêu ở trên, các amin khác, như amin béo, quá phản ứng và không tạo ra đặc tính gel hóa chấp nhận được trong quy trình APG, đặc tính thích hợp để đúc các bộ phận lớn co ngót ít và tỏa nhiệt thấp. Hơn nữa, một số tính chất của các sản phẩm đóng rắn không cạnh tranh với nhựa nhiệt bị đóng rắn bởi anhydrit, chẳng hạn như thời gian ngưng kết dài, kháng theo dõi, kháng arc, các tính chất điện môi sau khi điều hòa độ ẩm. Do đó, có nhu cầu đối với các chế phẩm epoxy nhiệt rắn không chứa anhydrit mới mà có thể được sử dụng thuận lợi trong các ứng dụng bọc hoặc bao ngoài để sản xuất các hệ cách điện, như thiết bị chuyển mạch hoặc các ứng dụng biến thế, thích hợp để sử dụng ngoài trời.

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn không chứa anhydrit nhiều thành phần, thích hợp để sản xuất các sản phẩm phải tiếp xúc với các điều kiện ngoài trời, như các hệ cách điện để dùng trong kỹ thuật điện. Chế phẩm nhựa epoxy này không chứa R42 và không chứa SVHC, được phân biệt bởi ít hút nước, độ bền phá vỡ sự khuếch tán nước rất tốt và thời gian sống dài. Chế phẩm nhựa epoxy sẽ thích hợp để xử lý bằng gel hóa áp lực tự động (APG). Được mong đợi là đặc tính đóng rắn có thể được kiểm soát theo cách mong muốn. Mục đích khác của sáng chế là đề xuất các sản phẩm được bao thu được từ quy trình bọc hoặc bao thể hiện tính chất cơ, điện và điện môi tốt, và có thể được sử dụng trong các ứng dụng ngoài trời, ví dụ, làm vật cách điện, ống lót, thiết bị chuyển mạch và biến áp công cụ trong kỹ thuật điện.

Theo đó, sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn nhiều thành phần chứa:

- (A) ít nhất một nhựa epoxy kiểu glycidyl xycloaliphatic không chứa nhóm este,
- (B) ít nhất một chất đóng rắn được chọn từ nhóm amin béo, amin xycloaliphatic và dixyandiamit, và
- (C) ít nhất một chất độn được silan hóa.

Nhựa epoxy ít nhất kiểu glycidyl xycloaliphatic (A) này không chứa nhóm este, và là hợp chất chứa ít nhất một nhóm epoxy kế cận, tốt hơn là nhiều hơn một nhóm epoxy kế cận, ví dụ, hai hoặc ba nhóm epoxy kế cận. Nhựa epoxy có thể là hợp chất monome hoặc polyme. Nhựa epoxy hữu ích để làm thành phần (A) được mô tả trong, ví dụ, GB-A-1144638, US-A-3425961, và Sổ tay nhựa epoxy (Handbook of Epoxy Resins) của Lee, H. và Neville, công ty sách McGraw-Hill, New York (1982).

Nhựa epoxy được sử dụng trong các phương án được bộc lộ ở đây đối với thành phần (A) theo sáng chế có thể thay đổi và bao gồm các nhựa epoxy truyền thống và sẵn có trên thị trường, chúng có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc kết hợp với hai hoặc nhiều loại. Khi lựa chọn nhựa epoxy cho các chế phẩm được bộc lộ ở đây, không chỉ cần cân nhắc dựa trên các tính chất của sản phẩm cuối, mà còn phải xem xét cả độ nhớt và các tính chất khác ảnh hưởng tới quy trình xử lý chế phẩm nhựa. Các nhựa epoxy thích hợp không chứa nhóm este, chẳng hạn như các nhóm este carboxylic. Ví dụ, diglycidyl este của axit dicarboxylic xycloaliphatic, như diglycidyl hexahydrophthalat chẳng hạn, không phù hợp với mục đích của sáng chế.

Các nhựa epoxy đặc biệt thích hợp đã biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực là dựa trên các sản phẩm phản ứng của rượu xycloaliphatic đa chức, hoặc rượu béo đa chức chứa nhóm xycloaliphatic chứa epichlorhydrin.

Rượu xycloaliphatic đa chức hoặc rượu béo đa chức chứa nhóm xycloaliphatic được xem xét phản ứng với epichlorhydrin để tạo thành polyglycidyl ete thích hợp là 1,2-xyclohexandiol, 1,3-xyclohexandiol, 1,4-xyclohexandiol (quinitol), 1,4-bis(hydroxymetyl)xyclohexan, 1,1-bis(hydroxymetyl)xyclohex-3-en, bis(4-hydroxycyclohexyl)metan (bisphenol F được hydro hóa), 2,2-bis(4-hydroxycyclohexyl)propan (bisphenol A được hydro hóa), 2,2-bis(3-metyl-4-hydroxycyclohexyl)propan (bisphenol C được hydro hóa), 1,1-bis(4-hydroxycyclohexyl)etan (bisphenol E được hydro hóa), 1,3-xyclopentandiol, 4,4'-

dihydroxydicyclohexan, 2,6-bis(4'-hydroxyxyclohexylmetyl)-1-hydroxyxyclohexan, 1,3,5-trihydroxyxyclohexan, 1,2,2-tris(4-hydroxyxyclohexyl)etan, sản phẩm ngưng tụ phenol-formaldehyt được hydro hóa có từ 3 đến 10 vòng xyclohexan chẳng hạn.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, ít nhất nhựa epoxy (A) là diglycidylete của 1,4-bis(hydroxymetyl)xyclohexan hoặc bisphenol A được hydro hóa. Cụ thể là, ít nhất nhựa epoxy (A) này là diglycidylete của bisphenol A được hydro hóa.

Đương lượng epoxy của ít nhất nhựa epoxy kiểu glycidyl xycloaliphatic (A) không chứa nhóm este là, ví dụ, từ 4,0 đến 5,5 eq/kg, tốt hơn là từ 4,3 đến 5,2 eq/kg.

Thành phần nhựa epoxy ít nhất (A) hoặc là sẵn có trên thị trường hoặc là có thể được điều chế theo quy trình đã biết. Các quy trình như vậy đã được mô tả trong, ví dụ, GB-A-1144638 (các nhựa epoxit A, B, C, D và F) và US-A-3425961 (các ví dụ 1, 2 và 6). Các sản phẩm sẵn có trên thị trường ví dụ là DY-C, nhựa epoxy kiểu glycidyl xycloaliphatic độ nhớt thấp có thể mua được của Huntsman Corporation; EP4080E, nhựa epoxy bisphenol A được hydro hóa độ nhớt thấp có thể mua được của Adeka, Japan; hoặc YX8000, nhựa epoxy bisphenol A được hydro hóa độ nhớt thấp có thể mua được của Mitsubishi Chemical, Japan.

Lượng nhựa epoxy (A) trong chế phẩm cuối cùng có thể thay đổi trong phạm vi rộng và phụ thuộc vào việc sử dụng chế phẩm này. Trong trường hợp chế phẩm được sử dụng để sản xuất các hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện, lượng nhựa epoxy (A) là, ví dụ, từ 40 phần trăm trọng lượng (% trọng lượng) đến 98% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng các thành phần (A) và (B) trong chế phẩm. Theo một phương án, lượng nhựa epoxy (A) là, ví dụ, từ 70% trọng lượng đến 96% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng các thành phần (A) và (B). Theo phương án khác, lượng nhựa epoxy (A) là, ví dụ, từ 50% trọng lượng đến 90% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng các thành phần (A) và (B).

Các amin béo hoặc amin xycloaliphatic sau đây được xem xét, ví dụ, làm chất đóng rắn ít nhất (B): etylendiamin; hexametylendiamin; trimetylhexametylendiamin; metylpentametylendiamin; dietyltri amin; trietyltetramin; tetraetylenpentamin; N,N-dimetylpropylendiamin-1,3; N,N-dietylpropylendiamin-1,3; 1,2-diaminoxyclohexan; 1,4-diaminoxyclohexan; bis(4-aminoxyclohexyl)metan; bis(3-

metyl-4-aminoxyclohexyl)metan; bis(3,5-metyl-4-aminoxyclohexyl)metan; 2,4-bis(4-aminoxyclohexylmetyl)xyclohexylamin; 2,2-bis(4-aminoxyclohexyl)propan; 4,4'-bis(4-xyclohexylmetyl)dixyclohexylamin; 2,2-bis(4-amino-3-metylxcyclohexyl)propan; 3-aminometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexylamin (isophoron diamin); 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan; 1,3-bis(aminometyl)xyclohexan; bixyclo[2.2.1]heptanbis(metylamin) (norbornan diamin); 3,3,5-trimetyl-N-(propan-2-yl)-5-[(propan-2-ylamino)metyl]xyclohexylamin; Jefflink JL 754, amin xycloaliphatic có thể mua được của Huntsman Corporation; 4-aminoxyclohexyl-4-hydroxyxyclohexylmetan và N-aminoetylpipezazin; trong đó các amin xycloaliphatic được ưu tiên.

Các amin xycloaliphatic được ưu tiên bao gồm 1,2-diaminoxyclohexan; bis(4-aminoxyclohexyl)metan; bis(3-metyl-4-aminoxyclohexyl)metan, 3-aminometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexylamin (isophoron diamin); 1,3-bis(aminometyl)xyclohexan; bixyclo[2.2.1]heptanbis(metylamin) (norbornan diamin); Jefflink JL 754; hoặc N-aminoetylpipezazin.

Các amin béo hoặc xycloaliphatic có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc theo cách khác là hỗn hợp của ít nhất hai, ví dụ, hai, ba hoặc bốn amin béo hoặc xycloaliphatic khác nhau có thể được sử dụng.

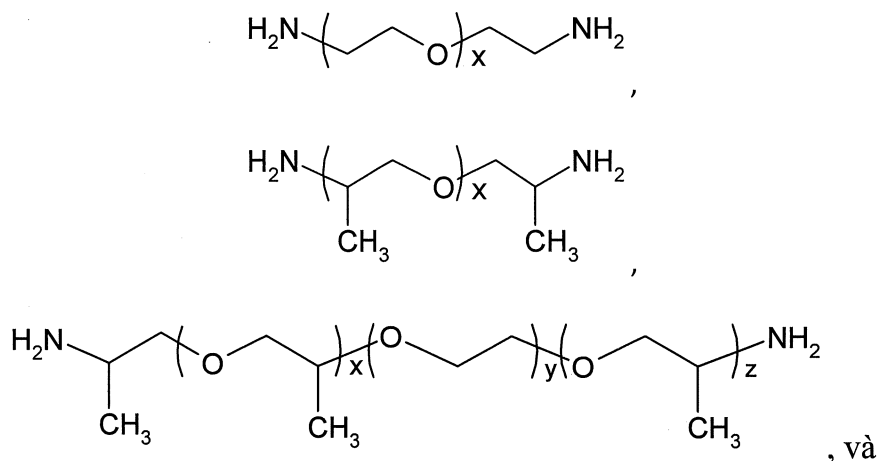
Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, ít nhất chất đóng rắn (B) là etylendiamin; hexametylendiamin; trimetylhexametylendiamin; metylpentametylendiamin; dietyltriemin; trietyltetramin; tetraetylpentamin; N,N-dimetylpropylendiamin-1,3; N,N-dietylpropylendiamin-1,3; 1,2-diaminoxyclohexan, 1,4-diaminoxyclohexan; bis(4-aminoxyclohexyl)metan; bis(3-metyl-4-aminoxyclohexyl)metan; bis(3,5-metyl-4-aminoxyclohexyl)metan; 2,4-bis(4-aminoxyclohexylmetyl)xyclohexylamin; 2,2-bis(4-aminoxyclohexyl)propan; 4,4'-bis(4-xyclohexylmetyl)dixyclohexylamin; 2,2-bis(4-amino-3-metylxcyclohexyl)propan; 3-aminometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexylamin (isophoron diamin); 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan; 1,3-bis(aminometyl)xyclohexan; bixyclo[2.2.1]heptanbis(metylamin) (norbornan diamin); 3,3,5-trimetyl-N-(propan-2-yl)-5-[(propan-2-ylamino)metyl]xyclohexylamin; Jefflink JL 754; 4-aminoxyclohexyl-4-hydroxyxyclohexylmetan; N-aminoetylpipezazin; hoặc dixyandiamit.

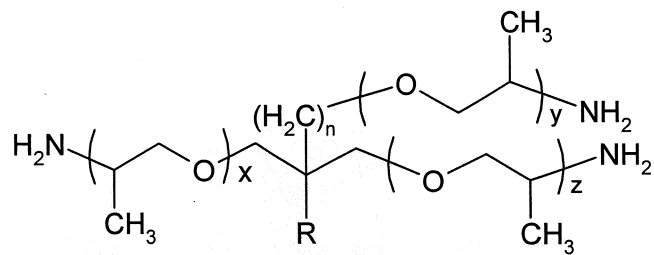
Theo phương án được đặc biệt ưu tiên của sáng chế; thành phần chất đóng rắn ít nhất (B) là 1,2-diaminoxyclohexan, bis(4-aminoxyclohexyl)metan, bis(3-metyl-4-aminoxyclohexyl)metan, 3-aminometyl-3,5,5-trimetylxclohexylamin (isophoron diamin), hoặc dixyandiamit.

Ít nhất chất đóng rắn (B) hoặc sẵn có trên thị trường hoặc có thể được điều chế theo các quy trình đã biết về bản chất. Các sản phẩm sẵn có trên thị trường ví dụ như là DCH99 hoặc ARADUR® 42, chất làm cứng amin xycloaliphatic có thể mua được từ Huntsman Corporation; EC331, chất làm cứng amin xycloaliphatic có thể mua được từ BASF; hoặc Dyhard 100S – chất làm cứng dixyandiamit có thể mua được từ AlzChem.

Ít nhất chất đóng rắn (B) có thể được sử dụng kết hợp với polyeteamin. Polyeteamin này là, ví dụ, polyete polyamin, như polyete triamin, hoặc polyete diamin.

Polyete diamin hữu ích bao gồm polyoxyalkylen diamin như copolyme polyetylen oxit-polypropylen oxit, chúng cùng kết thúc ở các nhóm amin. Các polyete diamin này có công thức $\text{H}_2\text{N}(\text{PO})_x(\text{EO})_y(\text{PO})_z\text{NH}_2$, trong đó x là số từ 0 đến 10, y là số từ 0 đến 40 và z là số từ 0 đến 10, EO là etylen oxit và PO là propylen oxit. Các polyete polyamin cũng có thể là các polyme polyetylen oxit hoặc polypropylen oxit khác cùng kết thúc ở các nhóm amin. Các polyete diamin điển hình sử dụng etylen oxit (EO) và propylen oxit (PO) bao gồm các polyete diamin có công thức sau:





Các loại polyete polyamin hoặc ete oligome khác có thể được sử dụng. Diamin polytetrahydrofuran, đơn lẻ hoặc copolyme hóa với alkylen oxit hoặc các monome olefin khác có thể được sử dụng. Polyamin bậc một bất kỳ có chuỗi hydrocacbon chứa một số nguyên tử ete oxy khác có thể được sử dụng. Các nguyên tử oxy có thể cách đều nhau sao cho polyete polyamin có đơn vị monome đơn lặp lại, hoặc các nguyên tử oxy có thể cách không đều nhau, ngẫu nhiên hoặc được phân bố theo kiểu lặp lại. Vì vậy, polyete polyamin có thể là diamin của ete copolyme, nó có thể là kiểu ngẫu nhiên, khối, lặp lại hoặc thay thế, hoặc của ete multipolyme có ba hoặc nhiều đơn vị ete monome khác nhau. Các polyete polyamin có thể chứa các amin bậc một hoặc bậc hai.

Các nguyên tử oxy của thành phần polyete của polyete polyamin có thể được thay thế, tất cả hoặc một phần, bằng chất tích điện âm như lưu huỳnh chẳng hạn. Vì vậy, polythiote polyamin có thể được sử dụng.

Ví dụ về các sản phẩm polyete polyamin thương mại như vậy bao gồm các polyeteamin JEFFAMINE[®] sẵn có trên thị trường từ Huntsman Corporation. Các đơn vị ete của các amin này là các đơn vị etylen oxit, các đơn vị propylen oxit hoặc hỗn hợp của chúng. Các polyeteamin JEFFAMINE[®] thông thường có các đơn vị oxypropylen hoặc hỗn hợp của các đơn vị oxyetylen và oxypropylen. Các polyeteamin JEFFAMINE[®] được ưu tiên là các polyeteamin chuỗi JEFFAMINE[®] D-, JEFFAMINE[®] ED-, JEFFAMINE[®] T- và JEFFAMINE[®] XTJ.

Lượng chất đóng rắn (B) trong chế phẩm cuối cùng có thể thay đổi trong phạm vi rộng và phụ thuộc vào việc sử dụng chế phẩm này. Trong trường hợp chế phẩm được sử dụng để sản xuất các hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện, lượng chất đóng rắn (B) trong chế phẩm cuối là, ví dụ, từ 2 phần trăm trọng lượng (% trọng lượng) đến 60% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng các thành phần (A) và (B) trong chế phẩm. Theo một phương án, lượng chất đóng rắn (B) là, ví dụ, từ 4% trọng lượng đến 40% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của các thành phần (A) và (B). Theo

phương án khác, lượng chất đóng rắn (B) là, ví dụ, từ 10% trọng lượng đến 50% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của các thành phần (A) và (B).

Ít nhất chất độn được silan hóa (C) hoặc có thể mua được trên thị trường hoặc có thể được điều chế theo các quy trình đã biết về bản chất, ví dụ, bằng quy trình silan hóa các chất độn thích hợp với epoxy silan hoặc amino silan. Các chất độn thích hợp là, ví dụ, bột kim loại, bột gỗ, bột thủy tinh, hạt thủy tinh, oxit bán kim loại, oxit kim loại, hydroxit kim loại, nitrua bán kim loại và kim loại, cacbua bán kim loại và kim loại, cacbonat kim loại, sulfat kim loại, và các chất khoáng tự nhiên hoặc tổng hợp. Nguyên liệu chất độn được bao thích hợp bằng silan đã biết trong lĩnh vực bao nguyên liệu chất độn, hoặc là trước khi chất độn được thêm vào chế phẩm nhựa epoxy, hoặc theo cách khác là thêm chất độn và silan vào chế phẩm nhựa epoxy, nhờ đó chất độn được silan hóa được tạo thành trong chế phẩm.

Chất độn thích hợp được chọn từ, ví dụ, nhóm cát thạch anh, bột thạch anh, silic đioxit, nhôm oxit, titan oxit, ziricon oxit, $Mg(OH)_2$, $Al(OH)_3$, dolomit $[CaMg(CO_3)_2]$, $Al(OH)_3$, $AlO(OH)$, silic nitrua, bo nitrua, nhôm nitrua, silic cacbua, bo cacbua, dolomit, đá phấn, canxi cacbonat, barit, thạch cao, hydromagnesit, zeolit, hoạt thạch, mica, cao lanh và volastonit. Được ưu tiên là sa thạch, silic đioxit, volastonit hoặc canxi cacbonat, đặc biệt là sa thạch hoặc silic đioxit. Silic đioxit thích hợp là, ví dụ, silic đioxit tinh thể hoặc vô định hình, đặc biệt là silic đioxit ngưng tụ.

Lượng chất độn được silan hóa (C) trong chế phẩm cuối có thể thay đổi trong phạm vi rộng và phụ thuộc vào việc sử dụng chế phẩm này. Trường hợp chế phẩm này được sử dụng để sản xuất hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện, lượng chất độn được silan hóa (C) là, ví dụ, từ 30 phần trăm trọng lượng (% trọng lượng) đến 75% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn. Theo một phương án, lượng chất độn được silan hóa (C) là, ví dụ, từ 40% theo trọng lượng đến 75% theo trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn. Theo phương án khác, lượng chất độn được silan hóa (C) là, ví dụ, từ 50% trọng lượng đến 70% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn. Vẫn theo phương án khác, lượng chất độn được silan hóa (C) là, ví dụ, từ 60% trọng lượng đến 70% trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn.

Các chất phụ gia khác có thể được chọn từ các chất hỗ trợ xử lý để cải thiện các tính chất lưu biến của nhựa hỗn hợp lỏng, các hợp chất kỵ nước bao gồm silic, chất thấm ướt/phân tán, chất hóa dẻo, chất pha loãng phản ứng hoặc không phản ứng, chất làm mềm, chất gia tốc, chất chống oxy hóa, chất hấp thụ ánh sáng, chất màu, chất chống cháy, chất xơ và chất phụ gia khác nói chung được sử dụng trong các ứng dụng điện. Các chất phụ gia này được biết rõ bởi người có hiểu biết trong lĩnh vực.

Theo một phương án, chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn nhiều thành phần chứa:

- (A) ít nhất một nhựa epoxy được chọn từ nhóm diglycidylete của 1,4-bis(hydroxymetyl)xyclohexan và diglycidylete của bisphenol A được hydro hóa,
- (B) ít nhất một chất đóng rắn được chọn từ nhóm 1,2-diaminoxyclohexan, bis(4-aminoxyclohexyl)metan, bis(3-metyl-4-aminoxyclohexyl)metan, 3-aminometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexylamin (isophoron diamin) và dixyandiamit, và
- (C) ít nhất một chất độn được silan hóa được chọn từ nhóm sa thạch, silic đioxit, volastonit và canxi cacbonat.

Theo phương án khác, chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn nhiều thành phần chứa:

- (A) diglycidylete của bisphenol A được hydro hóa,
- (B) 3-aminometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexylamin (isophoron diamin), và
- (C) cát hoặc bột sa thạch được silan hóa.

Trong trường hợp chế phẩm được sử dụng để sản xuất các sản phẩm dùng ngoài trời khác ngoài các hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện, ví dụ, để sản xuất các sản phẩm hoặc lớp phủ lò phản ứng lõi không khí, có thể bỏ qua chất độn được silan hóa (C). Một số chế phẩm không chứa chất độn được silan hóa (C) vẫn là mới.

Do đó, sáng chế cũng đề cập đến chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn nhiều thành phần chứa:

- (A) ít nhất một nhựa epoxy kiểu xycloaliphatic glycidyl không chứa nhóm este, và
- (B) dixyandiamit làm chất đóng rắn,

trong đó áp dụng các định nghĩa, các phương án và các phương án ưu tiên được đưa ra ở trên.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế không chứa R42 và SVHC, và được phân biệt bởi ít hút nước, độ bền phá vỡ khả năng khuếch tán nước rất tốt và thời gian sống dài.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có thể được sử dụng thuận lợi để sản xuất các hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện, cụ thể là, các hệ cách điện tiếp xúc với môi trường ngoài trời, ví dụ, vật cách điện và ống lót dùng ngoài trời, biến áp công cụ và biến áp phân tán dùng ngoài trời, thiết bị chuyển mạch dùng ngoài trời, máy cắt tự đóng lại, công tắc ngắt tải và vật cách điện di động.

Chế phẩm theo sáng chế cũng có thể được sử dụng để sản xuất các sản phẩm khác tiếp xúc với môi trường ngoài trời, ví dụ, các sản phẩm composit, chẳng hạn như đường ống nước và thiết bị chứa nước, hoặc lớp phủ lò phản ứng lõi không khí.

Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của các sản phẩm được sản xuất từ chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có thể được điều chỉnh như mong muốn, ví dụ, trong khoảng từ 70°C đến 150°C.

Nói chung, các hệ cách điện được sản xuất bằng các quy trình đúc, bọc, bao, và ngâm tẩm chẳng hạn như đúc trọng lực, đúc chân không, gel hóa áp lực tự động (APG), gel hóa áp lực chân không (VPG), phun, và tương tự.

Quy trình điển hình chế tạo hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện, như vật cách điện epoxy nhựa đúc, là gel hóa áp lực tự động (APG). APG cho phép tạo ra sản phẩm đúc được làm từ nhựa epoxy trong thời gian ngắn bằng cách làm cứng và tạo thành nhựa epoxy. Nói chung, thiết bị APG để thực hiện quy trình APG bao gồm một cặp khuôn (sau đây gọi là khuôn), bể trộn nhựa và khử khí được nối với khuôn qua một ống, và hệ thống đóng mở để mở và đóng khuôn.

Trước khi bơm chế phẩm nhựa epoxy có thể đóng rắn vào khuôn nóng, các thành phần của chế phẩm có thể đóng rắn chứa nhựa epoxy này và chất đóng rắn phải sẵn sàng để bơm.

Trong trường hợp hệ thống đã được nạp trước, nghĩa là hệ thống chứa các thành phần đã chứa chất độn rồi, cần khuấy các thành phần này trong bể cung cấp trong khi gia nhiệt để ngăn lắng cặn và thu được chế phẩm đồng nhất. Sau quá trình đồng nhất,

kết hợp các thành phần và chuyển vào máy trộn và trộn ở nhiệt độ gia tăng và áp suất giảm để khử khí chế phẩm. Tiếp theo, bơm hỗn hợp đã khử khí vào khuôn nóng.

Trong trường hợp hệ thống chưa được nạp trước, thành phần nhựa epoxy và thành phần chất đóng rắn thường được trộn riêng rẽ với chất độn ở nhiệt độ tăng và áp suất giảm để tạo ra hỗn hợp trộn sơ bộ gồm nhựa và chất đóng rắn. Trước đó có thể tùy ý cho thêm các chất phụ gia khác. Trong bước tiếp theo, kết hợp hai thành phần để tạo thành hỗn hợp phản ứng cuối cùng, thường là bằng cách trộn ở nhiệt độ tăng và áp suất giảm. Tiếp theo, bơm hỗn hợp đã khử khí vào khuôn.

Trong quy trình APG thông thường, đặt một vật dẫn kim loại hoặc vật chèn, được gia nhiệt trước và sấy khô, vào khuôn nằm trong buồng chân không. Sau khi đóng khuôn bằng hệ thống đóng mở, bơm chế phẩm nhựa epoxy này vào khuôn từ đầu vào nằm ở đáy khuôn bằng cách nén áp suất lên bề trộn nhựa. Trước khi bơm, chế phẩm nhựa thường được giữ ở nhiệt độ vừa phải khoảng 40 đến 60°C để đảm bảo thời gian sống thích hợp (thời gian có thể sử dụng của nhựa epoxy), trong khi giữ nhiệt độ khuôn ở khoảng 120°C hoặc hơn để thu được các sản phẩm đúc trong thời gian ngắn hợp lý. Sau khi bơm chế phẩm nhựa epoxy vào khuôn nóng, chế phẩm nhựa này đóng rắn trong khi áp lực nén lên nhựa trong bể trộn nhựa được giữ ở khoảng 0,1 đến 0,5 MPa.

Các sản phẩm đúc lớn được làm từ hơn 10kg nhựa có thể được sản xuất thuận tiện bằng quy trình APG trong thời gian ngắn, ví dụ, từ 20 đến 60 phút. Thông thường, sản phẩm đúc được lấy ra từ khuôn được đóng rắn sau trong lò đóng rắn riêng biệt để hoàn tất phản ứng của nhựa epoxy.

Sáng chế còn đề cập đến quy trình sản xuất các sản phẩm dùng ngoài trời, trong đó sử dụng chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần, chế phẩm này chứa:

- (A) ít nhất một nhựa epoxy kiểu glycidyl xycloaliphatic không chứa nhóm este,
- (B) ít nhất một chất đóng rắn được chọn từ nhóm amin béo, amin xycloaliphatic, và dixyandiamit, và
- (C) ít nhất một chất độn được silan hóa,

trong đó áp dụng các định nghĩa, các phương án và các phương án ưu tiên được đưa ra ở trên.

Theo một phương án của quy trình theo sáng chế, các sản phẩm dùng ngoài trời đã nêu là các hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện, cụ thể là, các hệ cách điện được sản xuất bằng các quá trình đúc, bọc, bao và ngâm tẩm như đúc trọng lực, đúc chân không, gel hóa áp lực tự động (APG), gel hóa áp lực chân không (VPG), cuốn sợi, ép đùn và phun. Được ưu tiên là quy trình gel hóa áp lực tự động (APG) và đúc chân không, đặc biệt là gel hóa áp lực tự động (APG).

Theo phương án khác của quy trình sáng chế, các sản phẩm dùng ngoài trời là sản phẩm composit, như đường ống nước và bình chứa nước, hoặc lớp phủ lò phản ứng lõi không khí.

Quá trình sản xuất các hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện thường được thực hiện bằng gel hóa áp lực tự động (APG) hoặc đúc chân không. Khi sử dụng các chế phẩm nhựa epoxy gốc đóng rắn anhydrit, các quy trình này thường bao gồm bước đóng rắn trong khuôn trong thời gian đủ để tạo hình chế phẩm nhựa thành các cấu trúc ba chiều không nóng chảy cuối cùng, thường là lên đến mười giờ, và bước sau đóng rắn sản phẩm đã được dỡ ra khỏi khuôn ở nhiệt độ tăng để phát triển các tính chất vật lý và cơ học sau cùng của chế phẩm nhựa epoxy đã đóng rắn. Bước sau đóng rắn như vậy có thể mất tới ba mươi giờ, tùy thuộc vào hình dạng và kích thước của sản phẩm.

Đặc tính đóng rắn và co ngót có thể được kiểm soát theo cách mong muốn, khi thực hiện quy trình sáng chế. So với các chế phẩm nhựa epoxy gốc đóng rắn anhydrit đã biết, có thể áp dụng thời gian đóng rắn ngắn hơn và nhiệt độ khuôn và nhiệt độ đóng rắn thấp hơn. Ngoài ra, thời gian sau đóng rắn có thể được rút ngắn và nhiệt độ sau đóng rắn có thể giảm xuống, tất cả những điều này giúp tiết kiệm thời gian và năng lượng chế biến. Thậm chí có thể bỏ qua bước xử lý sau đóng rắn. Thời gian sống của chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn là đủ để sử dụng cho các kỹ thuật ứng dụng phổ biến đã biết trong lĩnh vực này. So với các chế phẩm nhựa epoxy đã biết trong lĩnh vực này, chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn theo sáng chế được phân biệt bởi ít gây mùi, do đã loại bỏ các anhydrit gây kích ứng hô hấp. Nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt thấp hơn để kiểm soát đặc tính đóng rắn, nghĩa là bề mặt gel hóa nằm bên trong khuôn, được đề xuất bằng quy trình theo sáng chế, tương tự với quy trình được thực hiện với các chế phẩm epoxy resin gốc đóng rắn anhydrit đã biết.

Quy trình theo sáng chế cụ thể là hữu ích trong việc sản xuất các sản phẩm được bao mà thể hiện tính chất cơ, điện và điện môi tốt.

Do đó, sáng chế đề xuất sản phẩm hệ cách điện thu được bằng quy trình theo sáng chế. Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của sản phẩm này là trong phạm vi giống như các chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn gốc anhydrit đóng rắn ở nhiệt độ cao. Độ bền kéo của sản phẩm là 70 MPa hoặc cao hơn.

Các cách sử dụng có thể có của các sản phẩm hệ cách điện được sản xuất theo sáng chế là, ví dụ, vật cách điện cơ sở trong khu vực điện áp trung bình, trong sản xuất vật cách điện có liên kết với công tắc nguồn ngoài trời, đầu dò đo đặc, ống lót, và thiết bị bảo vệ quá áp, trong các cấu trúc chuyển mạch, trong công tắc nguồn, và máy điện, làm vật liệu phủ cho tranzito và các linh kiện bán dẫn khác và/hoặc để ngâm tẩm các thiết bị điện.

Các sản phẩm cụ thể được sản xuất theo quy trình sáng chế được sử dụng cho các ứng dụng chuyển mạch và biến áp công cụ điện áp trung bình và cao (6kV đến 143kV).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau nhằm minh họa sáng chế. Trừ phi có quy định khác, nhiệt độ được đưa ra ở độ C (Celsius), phần là phần theo trọng lượng và phần trăm là % theo trọng lượng. Phần theo trọng lượng là phần theo thể tích ở tỉ số kilogram/lít.

Mô tả các thành phần:

CY184: nhựa epoxy xycloaliphatic độ nhớt thấp chứa đương lượng epoxy từ 5,8 đến 6,1 Eq/kg. Nhà cung cấp: Huntsman, Switzerland.

EP4080E: nhựa epoxy bisphenol A được hydro hóa độ nhớt thấp chứa đương lượng epoxy từ 4,3 đến 5 Eq/kg. Nhà cung cấp: ADEKA, Japan.

YX8000: nhựa epoxy bisphenol A được hydro hóa độ nhớt thấp chứa đương lượng epoxy từ 4,5 đến 5,2 Eq/kg. Nhà cung cấp: Mitsubishi Chemical, Japan.

DY-C: 1,4-bis(hydroxymetyl)xyclohexan diglycidylete, nhựa epoxy độ nhớt thấp. Nhà cung cấp: Huntsman, Switzerland.

HY1235 BD: lỏng, chất làm cứng xycloaliphatic anhydrit được biến đổi. Nhà cung

cấp: Huntsman, Germany

DY062: lỏng, amin bậc ba, chất xúc tác. Nhà cung cấp: Huntsman, China.

EC331: bis(3-metyl-4-aminocyclohexyl)metan, chất làm cứng amin. Nhà cung cấp: BASF, China.

DCH99: 1,2-diaminocyclohexan, chất làm cứng amin. Nhà cung cấp: Huntsman, China.

Aradur 42: Isophoron diamin, chất làm cứng amin. Nhà cung cấp: Huntsman, China.

W12EST: silic đioxit được xử lý bằng epoxysilan, chất độn. Nhà cung cấp: Quarzwerke, Germany.

W12AST: silic đioxit được xử lý bằng aminosilan, chất độn. Nhà cung cấp: Quarzwerke, Germany.

Dyhard 100S: dixyandiamit, chất làm cứng amin. Nhà cung cấp: AlzChem, China.

Ví dụ so sánh 1:

Gia nhiệt trước CY184 ở 60°C trong lò trong 0,5 giờ. Thêm 100g CY184 đã gia nhiệt trước vào 90g HY1235BD đựng trong bình thép trong điều kiện khuấy trong khoảng 5 phút. Ngưng khuấy, thêm 0,6g DY062 vào hỗn hợp này, và tiếp tục khuấy trong khoảng 2 phút. Lại ngưng khuấy, và khử khí chế phẩm trong bình một cách cẩn thận bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 phút. Sử dụng một phần nhỏ của hỗn hợp để đo thời gian Gel ở 60°C bằng Gelnorm. Rót phần chính của hỗn hợp vào khuôn nhôm nóng đã được gia nhiệt đến 80°C và xử lý với chất dỡ khuôn QZ13 để tạo ra các mẫu có chiều dày 4mm để kiểm tra khả năng hút nước. Đóng rắn chế phẩm trong khuôn trong lò ở 80°C trong 6 giờ, và ở 140°C trong 10 giờ nữa. Sau khi đóng rắn, lấy các mẫu ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ so sánh 2:

Gia nhiệt trước CY184 ở 80°C trong 0,5 giờ. Thêm 200g CY184 đã gia nhiệt trước vào 180g HY1235BD trong bình thép trong điều kiện khuấy trong khoảng 5 phút. Sau đó, thêm 740g W12EST vào hỗn hợp đã khuấy theo nhiều phần trong vòng 20 phút. Sau đó, chế phẩm trong bình này được gia nhiệt trước trong lò ở 80°C trong 0,5 giờ, lấy bình ra khỏi lò, thêm 1,2g DY062 vào rồi tiếp tục khuấy trong khoảng 5

phút. Ngưng khuấy và khử khí chế phẩm trong bình một cách cẩn thận bằng cách dùng chân không trong khoảng 2 đến 3 phút. Rót hỗn hợp vào khuôn nhôm nóng đã gia nhiệt trước đến 80°C, và xử lý với chất đỡ khuôn QZ13 để tạo ra các mẫu có độ dày 4mm, 6mm và 10mm để kiểm tra. Khử khí cẩn thận chế phẩm trong khuôn bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 đến 2 phút, và đóng rắn trong lò ở 80°C trong 6 giờ, và ở 140°C trong 10 giờ nữa. Sau khi đóng rắn, lấy các mẫu vật ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ so sánh 3:

Gia nhiệt trước CY184 ở 60°C trong lò trong 0,5 giờ. Thêm 100g CY184 đã gia nhiệt trước vào 36g EC331 trong bình thép trong điều kiện khuấy trong khoảng 3 phút. Ngưng khuấy và khử khí cẩn thận chế phẩm trong bình bằng cách dùng chân không trong khoảng 0,5 phút. Sử dụng phần nhỏ hỗn hợp để đo thời gian Gel ở 60°C bằng Gelnorm. Rót phần chính của hỗn hợp vào khuôn nhôm nóng đã gia nhiệt trước đến 60°C và xử lý bằng chất đỡ khuôn QZ13 để tạo ra các mẫu có độ dày 4mm để kiểm tra khả năng hút nước. Đóng rắn chế phẩm trong khuôn trong lò ở 60°C trong 6 giờ, và ở 140°C trong 10 giờ nữa. Sau khi đóng rắn, lấy các mẫu ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ so sánh 4:

Gia nhiệt CY184 và W12EST ở 60°C trong lò trong 0,5 giờ. Cấp 200g CY184 đã gia nhiệt trước vào bình thép rồi thêm 528g W12EST theo nhiều phần trong điều kiện khuấy trong vòng 20 phút. Sau đó, gia nhiệt chế phẩm trong bình trong lò ở 60°C trong 0,5 giờ, lấy bình ra khỏi lò và khử khí cẩn thận chế phẩm này bằng cách dùng chân không trong khoảng 15 phút. Gia nhiệt lại chế phẩm trong bình trong lò trong 15 phút nữa ở 60°C và lấy ra khỏi lò. Thêm 72g EC331 vào chế phẩm này và khuấy chế phẩm này trong khoảng 3 phút. Ngưng khuấy và khử khí cẩn thận chế phẩm trong bình bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 phút. Rót chế phẩm này vào khuôn nhôm nóng đã gia nhiệt trước đến 60°C và xử lý bằng chất đỡ khuôn QZ13 để tạo ra các mẫu có độ dày 4mm, 6mm và 10mm để kiểm tra. Tiếp theo, khử khí cẩn thận chế phẩm này trong khuôn bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 phút, và đóng rắn trong lò ở 60°C trong 6 giờ, và ở 140°C trong 10 giờ nữa. Sau đó, lấy các mẫu vật ra khỏi khuôn rồi làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ so sánh 5:

Lặp lại ví dụ so sánh 3, nhưng thay EC331 bằng lượng DCH99 tương đương.

Ví dụ so sánh 6:

Lặp lại ví dụ so sánh 4, nhưng thay EC331 bằng lượng DCH99 tương đương.

Ví dụ so sánh 7:

Lặp lại ví dụ so sánh 3, nhưng thay EC331 bằng lượng isophoron diamin tương đương.

Ví dụ so sánh 8:

Lặp lại ví dụ so sánh 4, nhưng thay EC331 bằng lượng isophoron diamin tương đương.

Ví dụ so sánh 9:

Đặt 1000g CY184, 30g Dyhard 100s và 3g DY 062 vào buồng 31 gồm máy phân tán và máy trộn chân không, rồi gia nhiệt buồng này đến 60°C. Thực hiện trộn/phân tán ở tốc độ máy trộn 200 vòng/phút và tốc độ máy phân tán 1500 vòng/phút trong 2 giờ trong điều kiện chân không cho đến khi thu được chế phẩm đồng nhất. Sau đó, thêm 2000g chất độn khô W12EST đã gia nhiệt trước vào chế phẩm này. Tiếp tục trộn/phân tán trong cùng điều kiện trong 1 giờ cho đến khi thu được chế phẩm đồng nhất. Sau đó, bơm chế phẩm này trong điều kiện áp suất vào khuôn đĩa kim loại đã gia nhiệt trước đến 80°C để tạo ra các mẫu có độ dày thay đổi 4mm, 6mm và 10mm. Khuôn đã nạp đầy được đưa vào lò để đóng rắn trước chế phẩm ở 120°C trong 3 giờ và đóng rắn sau ở 160°C trong 10 giờ. Sau khi đóng rắn, lấy các mẫu ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ so sánh 10:

Gia nhiệt trước YX8000 ở 60°C trong lò trong 0,5 giờ. Thêm 100g YX8000 đã gia nhiệt trước vào 30g EC331 trong bình thép trong điều kiện khuấy trong khoảng 3 phút. Ngưng khuấy, và khử khí cẩn thận chế phẩm trong bình bằng cách dùng chân không trong khoảng 0,5 phút. Sử dụng phần nhỏ hỗn hợp để đo thời gian Gel ở 60°C bằng Gelnorm. Rót phần lớn hỗn hợp vào khuôn nhôm nóng đã gia nhiệt trước đến 60°C và xử lý bằng chất dỡ khuôn QZ13 để tạo ra các mẫu có độ dày 4mm để kiểm tra

khả năng hút nước. Đóng rắn chế phẩm trong khuôn trong lò ở 60°C trong 6 giờ, và ở 160°C trong 10 giờ nữa. Sau khi đóng rắn, lấy các mẫu vật ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ 1:

Gia nhiệt trước YX8000 và W12EST ở 60°C trong lò trong 0,5 giờ. Cấp 200g YX8000 đã gia nhiệt trước vào bình thép, và thêm 504,7g W12EST theo nhiều phần trong điều kiện khuấy trong vòng 20 phút. Sau đó, gia nhiệt chế phẩm trong bình trong lò ở 60°C trong 0,5 giờ, lấy bình ra khỏi lò rồi khử khí cẩn thận chế phẩm bằng cách dùng chân không trong khoảng 15 phút. Gia nhiệt lại chế phẩm trong bình trong lò trong 15 phút nữa ở 60°C và sau đó lấy ra khỏi lò. Thêm 60g EC331 vào chế phẩm, và khuấy chế phẩm trong khoảng 3 phút. Ngưng khuấy và khử khí lại chế phẩm trong bình một cách cẩn thận bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 đến 2 phút. Rót chế phẩm này vào khuôn nhôm nóng đã gia nhiệt trước đến 60°C và xử lý bằng chất đỡ khuôn QZ13 để tạo ra các mẫu có chiều dày 4mm, 6mm và 10mm để kiểm tra. Tiếp theo, khử khí cẩn thận chế phẩm trong khuôn bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 phút, và đóng rắn trong lò ở 60°C trong 6 giờ, và ở 160°C trong 10 giờ nữa. Sau đó, lấy các mẫu vật ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ 2:

Đặt 1000g YX8000, 50g Dyhard 100s và 3g DY 062 vào buồng 31 gồm máy phân tán và máy trộn chân không, và gia nhiệt buồng này đến 60°C. Thực hiện việc trộn/phân tán ở tốc độ máy trộn là 200 vòng/phút và tốc độ máy phân tán là 1500 vòng/phút trong 2 giờ trong điều kiện chân không cho đến khi thu được chế phẩm đồng nhất. Sau đó, thêm 2050g chất độn khô đã gia nhiệt trước W12EST vào chế phẩm này. Thực hiện việc trộn/phân tán trong các điều kiện giống nhau trong 1 giờ cho đến khi thu được chế phẩm đồng nhất. Tiếp theo, bơm chế phẩm này trong điều kiện áp suất vào khuôn đĩa kim loại đã gia nhiệt trước đến 80°C để tạo ra các mẫu có độ dày thay đổi gồm 4mm, 6mm và 10mm. Đặt khuôn đã được nạp đầy vào lò để đóng rắn trước chế phẩm ở 120°C trong 3 giờ và đóng rắn sau ở 160°C trong 10 giờ. Sau khi đóng rắn, lấy các mẫu ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ so sánh 11:

Gia nhiệt trước EP4080E ở 60°C trong lò trong 0,5 giờ. Thêm 100g EP4080E

đã gia nhiệt trước vào 14g DCH99 trong bình thép trong điều kiện khuấy trong khoảng 3 phút. Ngưng khuấy rồi khử khí cẩn thận chế phẩm trong bình bằng cách dùng chân không trong khoảng 0,5 phút. Sử dụng phần nhỏ hỗn hợp này để đo thời gian Gel ở 60°C bằng Gelnorm. Rót phần chính của hỗn hợp này vào khuôn nhôm nóng đã gia nhiệt trước đến 60°C và xử lý bằng chất dỡ khuôn QZ13 để tạo ra các mẫu có độ dày 4mm để kiểm tra khả năng hút nước. Đóng rắn chế phẩm trong khuôn này trong lò ở 60°C trong 6 giờ, và ở 160°C trong 10 giờ nữa. Sau khi đóng rắn, lấy các mẫu vật ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ 3:

Gia nhiệt trước EP4080E và W12EST ở 60°C trong lò trong 0,5 giờ. Cấp 200g EP4080E đã gia nhiệt trước vào bình thép, và thêm 442,6g W12EST theo nhiều phần trong điều kiện khuấy trong vòng 20 phút. Sau đó, gia nhiệt chế phẩm trong bình trong lò ở 60°C trong 0,5 giờ, lấy bình ra khỏi lò rồi khử khí cẩn thận chế phẩm bằng cách dùng chân không trong khoảng 15 phút. Gia nhiệt lại chế phẩm trong bình trong lò trong 15 phút nữa ở 60°C và sau đó lấy ra khỏi lò. Thêm 28g DCH99 vào chế phẩm này, và khuấy chế phẩm trong khoảng 3 phút. Ngưng khuấy và khử khí lại chế phẩm trong bình một cách cẩn thận bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 đến 2 phút. Rót chế phẩm vào khuôn nhôm nóng đã gia nhiệt trước đến 60°C và xử lý bằng chất dỡ khuôn QZ13 để tạo ra các mẫu có độ dày 4mm, 6mm và 10 mm để kiểm tra. Tiếp theo, khử khí cẩn thận chế phẩm trong khuôn bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 phút, và đóng rắn trong lò ở 60°C trong 6 giờ, và ở 160°C trong 10 giờ nữa. Sau đó, lấy các mẫu ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ so sánh 12:

Gia nhiệt trước EP4080E ở 60°C trong lò trong 0,5 giờ. Thêm 100g EP4080E đã gia nhiệt trước vào 20,5g Aradur 42 trong bình thép trong điều kiện khuấy trong khoảng 3 phút. Ngưng khuấy, và khử khí cẩn thận chế phẩm trong bình bằng cách dùng chân không trong khoảng 0,5 phút. Sử dụng một phần nhỏ hỗn hợp này để đo thời gian Gel ở 60°C bằng Gelnorm. Rót phần chính của hỗn hợp vào khuôn nhôm nóng đã gia nhiệt trước đến 60°C và xử lý bằng chất dỡ khuôn QZ13 để tạo ra các mẫu có độ dày 4mm để kiểm tra khả năng hút nước. Đóng rắn chế phẩm trong khuôn này

trong lò ở 60°C trong 6 giờ, và ở 160°C trong 10 giờ nữa. Sau khi đóng rắn, lấy các mẫu vật ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ 4:

Gia nhiệt trước EP4080E và W12EST ở 60°C trong lò trong 0,5 giờ. Cấp 200g EP4080E đã gia nhiệt trước vào bình thép, và thêm 467,8g W12EST theo nhiều phần trong điều kiện khuấy trong vòng 20 phút. Sau đó, gia nhiệt chế phẩm trong bình trong lò ở 60°C trong 0,5 giờ, lấy bình ra khỏi lò rồi khử khí cẩn thận chế phẩm bằng cách dùng chân không trong khoảng 15 phút. Gia nhiệt lại chế phẩm trong bình trong lò trong 15 phút nữa ở 60°C và sau đó lấy ra khỏi lò. Thêm 41g Aradur 42 vào chế phẩm này, và khuấy chế phẩm trong khoảng 3 phút. Ngưng khuấy và khử khí lại chế phẩm trong bình một cách cẩn thận bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 đến 2 phút. Rót chế phẩm vào khuôn nhôm nóng đã gia nhiệt trước đến 60°C và xử lý bằng chất đỡ khuôn QZ13 để tạo ra các mẫu có độ dày 4mm, 6mm và 10mm để kiểm tra. Tiếp theo, khử khí cẩn thận chế phẩm trong khuôn bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 phút, và đóng rắn trong lò ở 60°C trong 6 giờ, và ở 160°C trong 10 giờ nữa. Sau đó, lấy các mẫu vật ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ so sánh 13:

Gia nhiệt trước DY-C ở 60°C trong lò trong 0,5 giờ. Thêm 100g DY-C đã gia nhiệt trước vào 37,5g EC331 trong bình thép trong điều kiện khuấy trong khoảng 3 phút. Ngưng khuấy, và khử khí cẩn thận chế phẩm trong bình bằng cách dùng chân không trong khoảng 0,5 phút. Sử dụng một phần nhỏ hỗn hợp này để đo thời gian Gel ở 60°C bằng Gelnorm. Rót phần chính của hỗn hợp vào khuôn nhôm nóng đã gia nhiệt trước đến 60°C và xử lý bằng chất đỡ khuôn QZ13, để tạo ra các mẫu có độ dày 4mm để kiểm tra khả năng hút nước. Đóng rắn chế phẩm trong khuôn này trong lò ở 60°C trong 6 giờ, và ở 160°C trong 10 giờ nữa. Sau khi đóng rắn, lấy các mẫu vật ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ 5:

Gia nhiệt trước DY-C và W12EST ở 60°C trong lò trong 0,5 giờ. Cấp 200g DY-C đã gia nhiệt trước vào bình thép, rồi thêm 533,8g W12EST theo nhiều phần trong điều kiện khuấy trong vòng 20 phút. Sau đó, gia nhiệt chế phẩm trong bình trong lò ở 60°C trong 0,5 giờ, lấy bình ra khỏi lò rồi khử khí cẩn thận chế phẩm bằng cách

dùng chân không trong khoảng 15 phút. Gia nhiệt lại chế phẩm trong bình trong lò trong 15 phút nữa ở 60°C và sau đó lấy ra khỏi lò. Thêm 75g EC331 vào chế phẩm này, và khuấy chế phẩm trong khoảng 3 phút. Ngưng khuấy và khử khí lại chế phẩm trong bình một cách cẩn thận bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 đến 2 phút. Rót chế phẩm vào khuôn nhôm nóng đã gia nhiệt trước đến 60°C và xử lý bằng chất dỡ khuôn QZ13 để tạo ra các mẫu có độ dày 4mm, 6mm và 10mm để kiểm tra. Tiếp theo, khử khí cẩn thận chế phẩm trong khuôn bằng cách dùng chân không trong khoảng 1 phút, và đóng rắn trong lò ở 60°C trong 6 giờ, và ở 160°C trong 10 giờ nữa. Sau đó, lấy các mẫu vật ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Ví dụ 6:

Cho 1000g YX8000, 50g Dyhard 100s và 3g DY 062 vào buồng 3l gồm máy trộn và máy phân tán chân không, và gia nhiệt buồng này đến 60°C. Thực hiện việc trộn/phân tán ở tốc độ máy trộn là 200 vòng/phút và tốc độ máy phân tán là 1500 vòng/phút trong 2 giờ trong điều kiện chân không cho đến khi thu được chế phẩm đồng nhất. Tiếp đó, bơm chế phẩm này trong điều kiện áp suất vào khuôn đĩa kim loại đã gia nhiệt trước đến 80°C để tạo ra các mẫu vật có độ dày thay đổi 4mm, 6mm và 10mm. Đặt khuôn đã nạp vào lò để đóng rắn trước chế phẩm ở 120°C trong 3 giờ và đóng rắn sau ở 160°C trong 10 giờ. Sau khi đóng rắn, lấy các mẫu vật ra khỏi khuôn và làm nguội đến nhiệt độ môi trường.

Bảng 1: Dữ liệu kiểm tra

Ví dụ	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 4	Ví dụ so sánh 6	Ví dụ so sánh 8	Ví dụ so sánh 9	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5
Thời gian sống	tốt	ngắn	ngắn	ngắn	tốt	tốt	tốt	tốt	tốt	tốt
Độ bền kéo ¹⁾ [MPa]	98,9	79,7	72,0			72,3	72,5			
Độ giãn nở ²⁾ [%]	1,19	0,87	0,63			1,62	1,73			
G1C ³⁾	560	578	443			488				

[J/m ²]										
CTE ⁴⁾	32,9	33,7	31,1			40,7	33,6			
T _g ⁵⁾ [°C]	111	111	114	116	97	140	117	130	120	79
Thời gian Gel ở 60°C ⁶⁾ [phút]	494	61	27	23		160	> 6h	100	85	140
Hút nước sau 2 ngày ⁷⁾ [%]	1,38	6,46	19,93	10,23		1,49	1,37	1,93	2,11	3,43
Kiểm tra khuếch tán nước ⁸⁾	P ở 12 kV	F ở 12 kV	F ở 12 kV	F ở 12 kV	F ở 12 kV	P ở 12 kV	P ở 12 kV	P ở 12 kV	P ở 12 kV	P ở 12 kV

1) ISO 527

2) ISO 527

3) Phương pháp kiểm tra độc quyền của Huntsman

4) ISO 11359-2

5) IE 1006; phân tích nhiệt quét vi sai trên máy Mettler SC 822e (phạm vi: 20 đến 250°C ở 10°C phút-1)

6) phương pháp Gel norm; mẫu không chứa chất độn

7) ISO 62; đun sôi trong nước; mẫu không chứa chất độn

8) IEC 62217; đun sôi trong 100 giờ

P = kiểm tra đạt; F = kiểm tra không đạt

Ví dụ so sánh 2 là dựa trên đóng rắn anhydrit, và đại diện cho trạng thái của chế phẩm được sử dụng trong lĩnh vực đúc, bọc và bao kể từ hơn 40 năm nay. Nó thực hiện tốt theo mọi khía cạnh, ngoại trừ việc anhydrit được sử dụng bị gắn nhãn R 42 (có thể gây kích ứng khi hít phải) và nằm trong danh sách SVHC.

Các ví dụ so sánh 4, 6, 8 và 9 là dựa trên nhựa epoxy chứa các nhóm carboxylic este. Đối với các chế phẩm này, quan sát thấy chúng hút nước nhiều, và chúng không

làm hỏng độ bền phá vỡ sự khuếch tán nước. Ngoài ra, thời gian sống không được chấp nhận được quan sát thấy đối với các chế phẩm của các ví dụ so sánh 4, 6 và 8.

Chế phẩm của sáng chế theo các ví dụ 1 đến 5 thể hiện thời gian sống dài, hút nước ít, và vượt qua bài kiểm tra khuếch tán nước. Hiệu suất cơ học có thể so sánh với trạng thái của các hệ thống trong lĩnh vực đang được sử dụng hiện nay.

Bảng 2: Dữ liệu kiểm tra

Ví dụ	Ví dụ so sánh 9	Ví dụ 6
T _g ¹⁾ [°C]	97	126
Thời gian Gel ở 80°C/140°C ²⁾ [phút]		390 / 12,5
Hút nước sau 2 ngày ³⁾ [%]	Hình thành vết nứt ⁴⁾	3,90

1) IE 1006; phân tích nhiệt quét vi sai trên máy Mettler SC 822e (phạm vi: 20 đến 250°C ở 10°C phút⁻¹)

2) phương pháp Gel norm; mẫu không chứa chất độn

3) ISO 62; đun sôi trong nước; mẫu không chứa chất độn

4) mẫu được độn biểu hiện sự nứt gãy nghiêm trọng, do hút nhiều nước

Chế phẩm của sáng chế theo ví dụ 6 thể hiện tính hút nước ít.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn nhiều thành phần chứa:

(A) ít nhất một nhựa epoxy kiểu glycidyl xycloaliphatic không chứa nhóm este, và chứa nhiều hơn một nhóm epoxy liền kề,

(B) 2% đến 17% theo trọng lượng của ít nhất một chất đóng rắn được chọn từ nhóm bao gồm amin xycloaliphatic, và dixyandiamit, trong đó % trọng lượng là trên cơ sở tổng trọng lượng của (A) và (B); và

(C) từ 60% đến 70% của ít nhất một chất độn được silan hóa, trong đó % trọng lượng là trên cơ sở tổng trọng lượng của chế phẩm nhựa epoxy; và

trong đó chế phẩm này không chứa anhydrit.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó ít nhất nhựa epoxy (A) là polyglycidylete của 1,2-xyclohexandiol, 1,3-xyclohexandiol, 1,4-xyclohexandiol (quinitol), 1,4-bis(hydroxymetyl)xyclohexan, 1,1-bis(hydroxymetyl)xyclohex-3-en, bis(4-hydroxyxyclohexyl)metan (bisphenol F được hydro hóa), 2,2-bis(4-hydroxyxyclohexyl)propan (bisphenol A được hydro hóa), 2,2-bis(3-metyl-4-hydroxyxyclohexyl)propan (bisphenol C được hydro hóa), 1,1-bis(4-hydroxyxyclohexyl)etan (bisphenol E được hydro hóa), 1,3-xyclopentadiol, 4,4'-dihydroxydixyclohexan, 2,6-bis(4'-hydroxyxyclohexylmetyl)-1-hydroxyxyclohexan, 1,3,5-trihydroxyxyclohexan, 1,2,2-tris(4-hydroxyxyclohexyl)etan, hoặc các sản phẩm ngưng tụ phenol-formaldehyt được hydro hóa có 3 đến 10 vòng xyclohexan.

3. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó ít nhất nhựa epoxy (A) là diglycidylete của 1,4-bis(hydroxymetyl)xyclohexan hoặc bisphenol A được hydro hóa.

4. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó ít nhất chất đóng rắn (B) là 1,2-diaminoxyclohexan; 1,4-diaminoxyclohexan; bis(4-aminoxyclohexyl)metan; bis(3-metyl-4-aminoxyclohexyl)metan; bis(3,5-metyl-4-aminoxyclohexyl)metan; 2,4-bis(4-aminoxyclohexylmetyl)xyclohexylamin; 2,2-bis(4-aminoxyclohexyl)propan; 4,4'-bis(4-xyclohexylmetyl)dixyclohexylamin; 2,2-bis(4-amino-3-metylxylohexyl)propan; 3-aminometyl-3,5,5-trimetylxylohexylamin (isophoron diamin); 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan; 1,3-bis(aminometyl)xyclohexan; bixyclo[2.2.1]heptanbis(metylamin) (norbornan diamin); 3,3,5-trimetyl-N-(propan-2-

yl)-5-[(propan-2-ylamino)methyl]xyclohexylamin; (metyletyl) (3,5,5-trimetyl-3-
 {[(metyletyl)amino]metyl}xyclohexyl)amin; 4-aminoxyclohexyl-4-
 hydroxyxyclohexylmetan; N-aminoethylpiperazin; hoặc dixyandiamit.

5. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó ít nhất chất đóng rắn (B) là 1,2-
 diaminoxyclohexan, bis(4-aminoxyclohexyl)metan, bis(3-metyl-4-
 aminoxyclohexyl)metan, 3-aminometyl-3,5,5-trimetyl-xyclohexylamin (isophoron
 diamin), hoặc dixyandiamit.

6. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó ít nhất chất độn được silan hóa thu được bằng cách
 silan hóa cát thạch anh, bột thạch anh, silic đioxit, nhôm oxit, titan oxit, ziricon oxit,
 $Mg(OH)_2$, $Al(OH)_3$, đolomit $[CaMg (CO_3)_2]$, $Al(OH)_3$, $AlO(OH)$, silic nitrua, bo
 nitrua, nhôm nitrua, silic cacbua, bo cacbua, đolomit, đá phấn, canxi cacbonat, barit,
 thạch cao, hydromagnesit, zeolit, hoạt thạch, mica, cao lanh hoặc volastonit.

7. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó ít nhất chất độn được silan hóa thu được bằng cách
 silan hóa thạch anh, silic đioxit, volastonit hoặc canxi cacbonat.

8. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó:

(A) ít nhất một nhựa epoxy được chọn từ nhóm diglycidylete của 1,4-
 bis(hydroxymetyl)xyclohexan và diglycidylete của bisphenol A được hydro hóa,

(B) ít nhất một chất đóng rắn được chọn từ nhóm bao gồm 1,2-
 diaminoxyclohexan, bis(4-aminoxyclohexyl)metan, bis(3-metyl-4-
 aminoxyclohexyl)metan, 3-aminometyl-3,5,5-trimetyl-xyclohexylamin (isophoron
 diamin) và dixyandiamit, và

(C) ít nhất một chất độn được silan hóa được chọn từ nhóm thạch anh, silic
 đioxit, volastonit và canxi cacbonat.

9. Chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn nhiều thành phần chứa:

(A) ít nhất một nhựa epoxy kiểu glycidyl xycloaliphatic không chứa nhóm este
 và chứa nhiều hơn một nhóm epoxy liền kề,

(B) 2% đến 4,8% theo trọng lượng dixyandiamit làm chất đóng rắn, trong đó
 % trọng lượng là trên cơ sở tổng trọng lượng của (A) và (B), và

(C) từ 60% đến 70% của ít nhất một chất độn được silan hóa chứa epoxy silan

hoặc amino silan, trong đó % trọng lượng là trên cơ sở tổng trọng lượng của chế phẩm nhựa epoxy, và

trong đó chế phẩm nhựa này không chứa anhydrit.

10. Sản phẩm dùng ngoài trời chứa chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần, chế phẩm nhựa này chứa:

(A) ít nhất một nhựa epoxy kiểu glycidyl xycloaliphatic không chứa nhóm este, và chứa nhiều hơn một nhóm epoxy liền kề,

(B) 2% đến 17% theo trọng lượng của ít nhất một chất đóng rắn được chọn từ nhóm bao gồm amin xycloaliphatic, và dixyandiamit, trong đó % trọng lượng là trên cơ sở tổng trọng lượng của (A) và (B); và

(C) từ 60% đến 70% của ít nhất một chất độn được silan hóa, trong đó % trọng lượng là trên cơ sở tổng trọng lượng của chế phẩm nhựa epoxy; và

trong đó chế phẩm nhựa này không chứa anhydrit.

11. Sản phẩm dùng ngoài trời theo điểm 10, trong đó sản phẩm ngoài trời là hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện được sản xuất bằng hệ thống đúc, bọc, bao hoặc ngâm tẩm.

12. Sản phẩm dùng ngoài trời theo điểm 11, trong đó hệ cách điện dùng trong kỹ thuật điện được sản xuất bằng cách gel hóa áp lực tự động (APG) hoặc đúc chân không.

13. Sản phẩm dùng ngoài trời theo điểm 10, trong đó sản phẩm dùng ngoài trời này là sản phẩm composit, hoặc lớp phủ lò phản ứng lõi không khí.