



(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)



1-0031700

(51)⁷ C08F 2/20; C08L 101/02; C08L 29/04; (13) B
C09J 109/00; C09J 175/04; C09J 125/04;
C09J 131/02; C09J 133/04; C09J 157/00;
C08F 2/24; C09J 11/08

(21) 1-2017-02753

(22) 24/12/2015

(86) PCT/JP2015/006450 24/12/2015

(87) WO 2016/103712 A1 30/06/2016

(30) 2014-265809 26/12/2014 JP

(45) 25/04/2022 409

(43) 25/10/2017 355A

(73) KURARAY CO., LTD. (JP)

1621, Sakazu, Kurashiki-shi, Okayama 710-0801 Japan

(72) MAKI, Hideki (JP); NAKAMAE, Masato (JP).

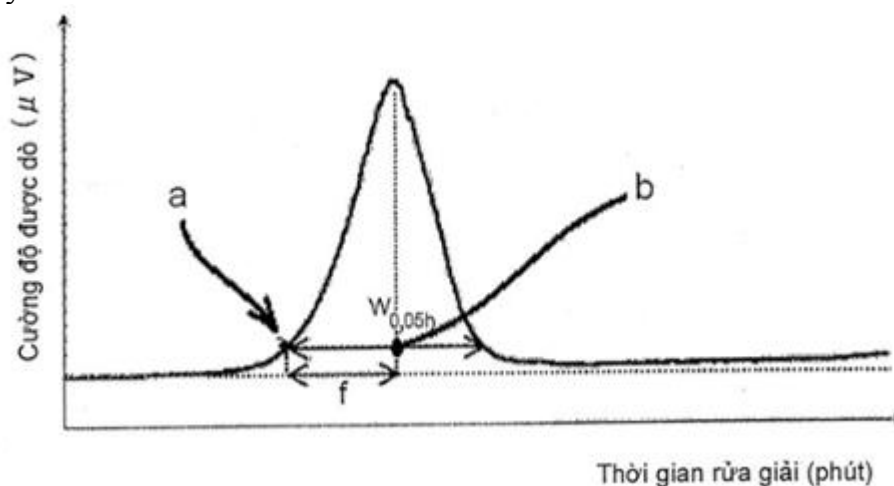
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) NHỮ TƯƠNG NƯỚC, CHẤT KẾT DÍNH CHỨA NHỮ TƯƠNG NƯỚC VÀ
PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT NHỮ TƯƠNG NƯỚC NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến nhũ tương nước chứa polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen làm thể phân tán và rượu polyvinyl làm chất phân tán. Lượng rượu polyvinyl tự do trong nhũ tương nước là 0,2 đến 20 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen. Rượu polyvinyl tự do có độ xà phòng hóa là 80,0 đến 99,5% mol và độ polyme hóa trung bình nhớt là 200 đến 5000, và rượu polyvinyl tự do có hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) thỏa mãn biểu thức (1) sau đây được xác định bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao gradien dùng tách pha đảo bằng cách sử dụng dung môi rửa giải axeton-nước theo JIS K 0124 (2011).

$0,85 \leq W_{0,05h}/2f \leq 1,30$ (1) (bỏ qua việc định nghĩa các ký hiệu)

Sáng chế cũng đề cập đến chất kết dính chứa nhũ tương nước và phương pháp sản xuất nhũ tương nước này.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến nhũ tương nước chứa lượng xác định rượu polyvinyl tự do có hệ số đối xứng xác định trên phổ sắc ký thu được bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao (sau đây có thể được viết tắt thành “HPLC”); và chất kết dính chứa nhũ tương nước.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các nhũ tương polyme nước đã được sử dụng một cách rộng rãi trong nhiều ứng dụng như là các chất kết dính cho gỗ, giấy, và chất dẻo, sơn, tác nhân xử lý sợi quang học, và tác nhân xử lý giấy. Cụ thể, rượu polyvinyl (sau đây có thể được viết tắt thành “PVA”) được biết đến với vai trò làm keo bảo vệ trong sự polyme hóa nhũ tương của các monome este vinyl điển hình là vinyl axetat. Các nhũ tương este vinyl nước thu được từ sự polyme hóa nhũ tương dùng PVA làm chất phân tán polyme hóa nhũ tương được sử dụng rộng rãi trong các ứng dụng như là các chất kết dính khác nhau cho giấy, gia công gỗ, và chất dẻo, các chất liên kết khác nhau cho giấy thấm và vải không dệt, chất phụ gia, vật liệu liên kết bê tông, sơn, xử lý giấy, và xử lý sợi quang học.

Khi PVA được sử dụng làm chất phân tán dùng để polyme hóa nhũ tương như được mô tả ở trên, việc ngăn ngừa sự đông tụ của nhũ tương trong khi polyme hóa nhũ tương và đạt được độ ổn định polyme hóa tốt là cần thiết. Các PVA hòa tan được trong nước, và điều đó gây ra các bất lợi như là giảm tính chịu nước của lớp phủ được tạo ra từ nhũ tương thu được bằng việc sử dụng PVA và giảm độ ổn định cơ của nhũ tương thu được. Các đặc tính như là tính chịu nước và độ ổn định cơ được biết đến là phụ thuộc nhiều vào PVA được sử dụng trong polyme hóa nhũ tương.

Trong các trường hợp này, các nỗ lực như là kiểm soát độ kết tinh của các PVA hoặc đưa nhóm chức vào trong các PVA đã được thực hiện để cải thiện các đặc tính riêng của các PVA, và nhờ đó đã phát triển các PVA được cải biến khác nhau. Có đề xuất rằng chất kết dính chứa nhũ tương nước và hợp chất

isoxyanat đa chức, nhũ tương nước thu được bằng sự polyme hóa nhũ tương của monome chưa no etylen và/hoặc monome dien sử dụng PVA được cải biến etylen làm chất phân tán polyme hóa nhũ tương. Chất kết dính này đã được báo cáo có tính ổn định bảo quản cao, độ bền liên kết, và tính chịu nước (tài liệu sáng chế 1). Làm nhũ tương thu được bằng cách sử dụng PVA được cải biến, có đề xuất rằng nhũ tương nước thu được bằng cách sử dụng PVA được cải biến chứa lượng xác định mắt xích monome chưa no có nhóm silyl làm chất phân tán polyme hóa nhũ tương và sử dụng polyme của một hoặc nhiều hơn một monome được lựa chọn từ monome chưa no etylen làm thể phân tán. Nhũ tương nước này đã được báo cáo là có tính chịu nước và tính ổn định độ nhớt (tài liệu sáng chế 2).

Như được thể hiện ở trên, các nhũ tương được yêu cầu có độ ổn định cơ tốt và có thể tạo ra lớp phủ với tính chịu nước tốt. Trong sản xuất công nghiệp, nhu cầu cũng tăng lên đối với các chất kết dính mà có thể được phun ở tốc độ cao. Khi chất kết dính thông thường được phun ở tốc độ cao vượt quá 500 m/phút, điều này xảy ra hiện tượng không mong muốn như là tán xạ chất kết dính mà còn được gọi là “sự bắn tóe”. Ngoài ra, các chất kết dính có thể được đề ngoài môi trường khắc nghiệt như là môi trường nóng hoặc ẩm phụ thuộc vào loại sản phẩm trong đó các chất kết dính được sử dụng. Trong một vài trường hợp, một số chất kết dính thông thường có thể trải qua việc giảm độ bền liên kết dẫn đến việc tách, có nghĩa là các chất kết dính không đạt được sự thỏa mãn đối với độ bền liên kết.

Trong các trường hợp này, các chất kết dính được yêu cầu là không bị bắn tóe trong khi phun ở tốc độ cao, có độ bền liên kết ban đầu cao, và thể hiện độ bền liên kết cao tại nhiệt độ cao và độ ẩm cao.

Tuy nhiên, các nhũ tương thông thường và các chất kết dính được mô tả ở trên không đáp ứng được tất cả các yêu cầu, và có nhu cầu đối với nhũ tương và chất kết dính đạt được các yêu cầu này.

Danh mục tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 8-259659 A

Tài liệu sáng chế 2: JP 2007-23148 A.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật cần giải quyết

Sáng chế đã được thực hiện dựa vào các trường hợp ở trên, và mục đích của sáng chế là tạo ra nhũ tương nước có độ ổn định cơ cao và khả năng tạo ra lớp phủ cao với tính chịu nước cao. Một mục đích nữa của sáng chế là tạo ra chất kết dính mà chứa nhũ tương nước và không bị bắn tóe trong khi phun ở tốc độ cao, có độ bền liên kết ban đầu cao, và thể hiện độ bền liên kết cao tại nhiệt độ cao và độ ẩm cao.

Cách thức giải quyết vấn đề

Nhờ kết quả của các nghiên cứu chuyên sâu, các tác giả sáng chế đã nhận ra rằng nhũ tương nước và chất kết dính chứa nhũ tương nước có thể là giải pháp cho các vấn đề trên khi nhũ tương nước chứa lượng xác định PVA tự do có hệ số đối xứng nằm trong khoảng xác định được xác định bằng HPLC theo JIS K 0124 (2011). Các tác giả sáng chế đã hoàn thành sáng chế dựa vào phát hiện này.

Do đó, sáng chế đề cập đến các khía cạnh sau đây.

[1] Nhũ tương nước chứa polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen làm thể phân tán và rượu polyvinyl làm chất phân tán, trong đó lượng rượu polyvinyl có mặt ở dạng rượu polyvinyl tự do trong nhũ tương nước, lượng rượu polyvinyl tự do là từ 0,2 đến 20 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen, rượu polyvinyl tự do có độ xà phòng hóa từ 80,0 đến 99,5% mol và độ polyme hóa trung bình nhớt là 200 đến 5000, và rượu polyvinyl tự do có hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) mà thỏa mãn biểu thức (1) như được xác định bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao gradien dùng tách pha đảo sử dụng dung môi rửa giải axeton-nước theo JIS K 0124 (2011):

$$0,85 \leq W_{0,05h}/2f \leq 1,30 \quad (1),$$

trong đó $W_{0,05h}$ thể hiện chiều rộng pic tại 5% chiều cao pic và f thể hiện khoảng cách từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic.

[2] Nhũ tương nước theo mục [1], được tạo ra bởi sự polyme hóa nhũ tương của monome chưa no etylen bằng cách sử dụng rượu polyvinyl với lượng

từ 0,5 đến 40 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng monome chưa no etylen, trong đó rượu polyvinyl có hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) thỏa mãn biểu thức (2) dưới đây được xác định bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao gradien dùng tách pha đảo sử dụng dung môi rửa giải axeton-nước theo JIS K 0124 (2011):

$$0,70 \leq W_{0,05h}/2f \leq 1,10 \quad (2),$$

trong đó $W_{0,05h}$ thể hiện chiều rộng pic tại 5% chiều cao pic và f thể hiện khoảng cách từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic.

[3] Nhũ tương nước theo mục [1] hoặc [2], trong đó polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen là polyme chứa mắt xích được dẫn xuất từ ít nhất một chất được lựa chọn từ nhóm gồm có monome este vinyl, monome este axit (met)acrylic, monome styren, và monome dien, và lượng mắt xích là bằng hoặc lớn hơn 70% khối lượng trong tổng mắt xích monome của polyme.

[4] Nhũ tương nước theo mục bất kỳ trong số các mục [1] đến [3], còn chứa hợp chất isoxyanat đa chức.

[5] Chất kết dính chứa nhũ tương nước theo mục [4].

[6] Phương pháp sản xuất nhũ tương nước theo mục [1], gồm có sự polyme hóa nhũ tương của monome chưa no etylen bằng cách sử dụng rượu polyvinyl làm chất phân tán, trong đó rượu polyvinyl được sử dụng với lượng từ 0,5 đến 40 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng monome chưa no etylen, và rượu polyvinyl có hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) thỏa mãn biểu thức (2) sau đây được xác định bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao gradien dùng tách pha đảo sử dụng dung môi rửa giải axeton-nước theo JIS K 0124 (2011):

$$0,70 \leq W_{0,05h}/2f \leq 1,10 \quad (2),$$

trong đó $W_{0,05h}$ thể hiện chiều rộng pic tại 5% chiều cao pic và f thể hiện khoảng cách từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic.

Hiệu quả của sáng chế

Nhũ tương nước theo sáng chế có độ ổn định cơ cao và có khả năng tạo

ra lớp phủ với tính chịu nước cao. Chất kết dính chứa nhũ tương nước không bị bắn tóe trong khi phun ở tốc độ cao, có độ bền liên kết ban đầu cao, và thể hiện độ bền liên kết cao tại nhiệt độ cao và độ ẩm cao.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 thể hiện biểu đồ sắc ký tiêu biểu thu được bằng việc phân tích phép sắc ký lỏng tính năng cao (HPLC) theo phương án của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

<Nhũ tương nước>

Nhũ tương theo sáng chế là nhũ tương nước chứa polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen làm thể phân tán và rượu polyvinyl làm chất phân tán. Nhũ tương nước khác biệt ở chỗ: lượng rượu polyvinyl có mặt ở dạng rượu polyvinyl tự do trong nhũ tương nước; lượng rượu polyvinyl tự do là 0,2 đến 20 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng polyme chứa mắt xích monome chưa no; rượu polyvinyl tự do có độ xà phòng hóa là 80,0 đến 99,5% mol và độ polyme hóa trung bình nhớt là 200 đến 5000; và rượu polyvinyl tự do có hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) thỏa mãn biểu thức (1) sau đây được xác định bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao gradien dùng tách pha đảo sử dụng dung môi rửa giải axeton-nước theo JIS K 0124 (2011).

$$0,85 \leq W_{0,05h}/2f \leq 1,30 \quad (1)$$

(trong biểu thức, $W_{0,05h}$ thể hiện chiều rộng pic tại 5% chiều cao pic và f thể hiện khoảng cách từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic.)

Nhũ tương nước theo sáng chế chứa polyme chứa mắt xích monome chưa no làm thể phân tán.

Các ví dụ về monome chưa no etylen được sử dụng làm vật liệu để tạo ra polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen gồm có:

các monome olefin như là etylen, propylen, và isobutylen;

các monome olefin được halogen hóa như là vinyl clorua, vinyl florua, vinyliden clorua, và vinyliden florua;

các monome este vinyl như là vinyl format, vinyl axetat, vinyl propionat,

và vinyl versatat;

axit (met)acrylic;

các monome este axit (met)acrylic như là metyl (met)acrylat, etyl (met)acrylat, butyl (met)acrylat, 2-ethylhexyl (met)acrylat, dodexyl (met)acrylat, và 2-hydroxyetyl (met)acrylat;

các monome (met)acrylamit như là dimetylaminioetyl (met)acrylat, các dẫn xuất bậc bốn của nó, (met)acrylamit, N-metylol (met)acrylamit, N,N-dimetyl (met)acrylamit, axit (met)acrylamido-2-metylpropansulfonic, và các muối natri của nó;

các monome styren như là styren, α -methylstyren, axit p-styrenesulfonic, và các muối natri hoặc kali;

các monome dien như là butadien, isopren, và cloropen; và
N-vinylpyrrolidon.

Các chất này được sử dụng đơn lẻ hoặc kết hợp với chất khác nữa để polyme hóa. Thuật ngữ “(met)acryl” như được sử dụng trong bản mô tả đề cập chung cho “acryl” và “methacryl”.

Polyme chứa mất xích monome chưa no etylen tốt hơn là polyme có mất xích monome chưa no được dẫn xuất từ ít chất một chất được lựa chọn từ nhóm gồm có monome este vinyl, monome este axit (met)acrylic, monome styren, và monome dien. Lượng mất xích monome chưa no tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 70% khối lượng, tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 80% khối lượng, thậm chí tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 90% khối lượng, đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 95% khối lượng, và tốt nhất là 100% khối lượng. Nếu lượng mất xích xác định là nhỏ hơn 70% khối lượng, độ ổn định polyme hóa nhũ tương của nhũ tương nước có thể không đạt. Trong số các monome được đề cập ở trên, monome este vinyl được đặc biệt ưu tiên, và vinyl axetat được ưu tiên nhất. Có thể tốt hơn là, trong polyme này, lượng mất xích monome chưa no este vinyl là bằng hoặc lớn hơn 70% khối lượng trong tổng mất xích monome của polyme. Có thể tốt hơn nữa là lượng mất xích monome chưa no được dẫn xuất từ vinyl axetat là bằng hoặc lớn hơn 70% khối lượng trong tổng mất xích monome của polyme, và thậm chí tốt hơn nữa là lượng mất xích monome chưa no được dẫn xuất từ vinyl axetat là

bằng hoặc lớn hơn 90% khối lượng trong tổng mắt xích monome của polyme.

Nhũ tương nước theo sáng chế được bao gồm sao cho lượng PVA ở dạng mẫu tự do (sau đây có thể được đề cập một cách đơn giản hơn là “PVA tự do”) trong nhũ tương nằm trong khoảng xác định được đề cập ở trên và hệ số đối xứng của PVA tự do thỏa mãn biểu thức (1). Do đó, nhũ tương nước có độ ổn định cơ học cao và tạo ra lớp phủ với tính chịu nước cao, mặc dù lí do kỹ thuật cho việc này không rõ ràng. Ngoài ra, chất kết dính chứa nhũ tương nước này có thể không bị bắn tóe trong khi phun ở tốc độ cao, có độ bền liên kết ban đầu cao, và thể hiện độ bền liên kết cao tại nhiệt độ cao và độ ẩm cao.

Phương pháp tạo ra nhũ tương nước theo sáng chế không được giới hạn cụ thể, và như được mô tả dưới đây, ví dụ về phương pháp này là phương pháp trong đó, monome chưa no etylen ở trên là nhũ tương được polyme hóa bằng cách sử dụng chất khơi mào polyme hóa được lựa chọn chính xác với lượng từ 0,5 đến 40 phần khối lượng PVA (chất phân tán) xác định được mô tả dưới đây tính theo 100 phần khối lượng monome. Các kết quả của việc polyme hóa nhũ tương này trong nhũ tương nước trong đó lượng PVA được sử dụng làm chất phân tán polyme hóa nhũ tương gắn với bề mặt của polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen làm thể phân tán. Lượng PVA được sử dụng làm chất phân tán trong polyme hóa nhũ tương đảm nhiệm làm chất phân tán ở trên, trong khi phần PVA còn lại không được gắn với thể phân tán có mặt ở dạng PVA tự do trong nhũ tương nước. PVA này (PVA tự do) mà có mặt ở dạng mẫu tự do trong nhũ tương nước có ảnh hưởng lớn hơn đối với các đặc tính vật lý của nhũ tương nước và chất kết dính thu được từ nhũ tương nước hơn PVA gắn vào thể phân tán.

Một phương pháp tách PVA có mặt ở dạng tự do trong nhũ tương nước theo sáng chế như sau: nhũ tương nước được pha loãng bằng nước, nhũ tương nước được pha loãng được quay li tâm, lớp dung dịch nước bề mặt thu được được gom, và dung dịch nước được gom được làm khô. Do đó, có thể hoàn thành việc tách PVA tự do.

Lượng PVA tự do trong nhũ tương nước theo sáng chế là 0,2 đến 20 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng polyme chứa mắt xích monome chưa

no etylen. Nếu lượng PVA tự do là nhỏ hơn 0,2 phần khối lượng, chất kết dính thu được từ nhũ tương nước có xu hướng bắn tóe trong khi phun ở tốc độ cao. Lượng PVA tự do tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 1,0 phần khối lượng và tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 2,0 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen. Nếu lượng PVA tự do là lớn hơn 20 phần khối lượng, nhũ tương nước có thể có độ ổn định cơ không đạt, hoặc chất kết dính thu được từ nhũ tương nước có thể sẽ không thể hiện độ bền liên kết đủ tại nhiệt độ cao và độ ẩm cao. Lượng PVA tự do tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 15 phần khối lượng và tốt hơn là 10 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen.

Độ xà phòng hóa của PVA tự do được đo theo JIS K 6726 (1994). Độ xà phòng hóa của PVA tự do là từ 80,0 đến 99,5% mol. Nếu độ xà phòng hóa là nhỏ hơn 80,0% mol, lớp phủ được tạo ra từ nhũ tương nước có tính chịu nước không đầy đủ. Độ xà phòng hóa tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 82,0% mol và tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 85,0% mol. Nếu độ xà phòng hóa là lớn hơn 99,5% mol, PVA không được tạo ra một cách ổn định. Độ xà phòng hóa tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 99,0% mol và tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 98,5% mol.

Độ polyme hóa trung bình nhớt của PVA tự do được đo theo JIS K 6726 (1994). Độ polyme hóa trung bình nhớt (P) có thể được đề cập đơn giản trong bản mô tả là “độ polyme hóa”. PVA tự do được tái xà phòng hóa đến độ xà phòng hóa là bằng hoặc lớn hơn 99,5% mol, sau đó được tinh chế, và sau đó đo độ nhớt thực $[\eta]$ (L/g) tại 30°C trong nước, từ đó độ polyme hóa được xác định theo công thức sau.

$$P = ([\eta] \times 10000/8,29)^{(1/0,62)}$$

Độ polyme hóa trung bình nhớt của PVA tự do là 200 đến 5000. Nếu độ polyme hóa trung bình nhớt là nhỏ hơn 200, lớp phủ được tạo ra từ nhũ tương nước thu được có tính chịu nước không đầy đủ. Độ polyme hóa trung bình nhớt tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 250, tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 300, và thậm chí tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 400. Nếu độ polyme hóa trung bình nhớt là lớn hơn 5000, dung dịch nước chứa PVA được hòa tan có độ nhớt quá cao, điều này khiến nhũ tương nước khó xử lý. Độ polyme hóa trung bình nhớt tốt hơn là bằng

hoặc nhỏ hơn 4000, tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 3000, và thậm chí tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 2000.

PVA tự do có hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) thỏa mãn biểu thức (1) sau đây được xác định bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao gradien dùng tách pha đảo sử dụng dung môi rửa giải axeton-nước theo JIS K 0124 (2011).

$$0,85 \leq W_{0,05h}/2f \leq 1,30 \quad (1)$$

(trong biểu thức, $W_{0,05h}$ thể hiện chiều rộng pic tại 5% chiều cao pic và f thể hiện khoảng cách từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic.)

Cột được sử dụng trong HPLC là cột silic oxit ODS, và các điều kiện gradient đối với dung môi rửa giải axeton-nước được cụ thể hóa trong các ví dụ dưới đây. Nếu hệ số đối xứng của PVA tự do là nhỏ hơn 0,85, nhũ tương nước có thể có độ ổn định cơ không đầy đủ hoặc chất kết dính chứa nhũ tương nước có thể có độ bền liên kết ban đầu không đầy đủ. Hệ số đối xứng tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,90, tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 0,95 và thậm chí tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 1,00. Nếu hệ số đối xứng là lớn hơn 1,30, lớp phủ được tạo ra từ nhũ tương nước có thể có tính chịu nước không đầy đủ, hoặc chất kết dính chứa nhũ tương nước có thể bị bắn tóe hoặc không thể hiện độ bền liên kết đầy đủ tại nhiệt độ cao và độ ẩm cao. Hệ số đối xứng tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 1,28, tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 1,25, và thậm chí tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 1,20. Hệ số đối xứng được sử dụng trong bản mô tả là tham số chỉ ra độ đối xứng của pic đo được bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao. Fig.1 thể hiện các kết quả được lấy làm ví dụ cho việc đo HPLC. Trong Fig.1, hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) được tính toán bằng cách sử dụng chiều rộng ($W_{0,05h}$) của pic được đo tại 5% chiều cao pic và khoảng cách (f) từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic. Thuật ngữ “5% chiều cao pic” được sử dụng trong bản mô tả đề cập đến chiều cao tương ứng với 1/20 của chiều cao từ đường cơ sở của pic đo được bằng phân tích HPLC dưới các điều kiện được mô tả dưới đây. Ký hiệu “f” được sử dụng trong bản mô tả thể hiện khoảng cách giữa các

điểm a và b trên Fig.1, ví dụ, khoảng cách từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic của pic đo được bằng phân tích HPLC dưới các điều kiện được mô tả dưới đây đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic. Nói cách khác, “f” thể hiện khoảng cách từ cạnh trước đến điểm mà đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic cắt đôi chiều rộng pic tại 5% chiều cao pic. Trong Fig.1, đường chấm song song với trục nằm ngang thể hiện đường cơ sở. $W_{0,05h}$ và f được thể hiện theo các đơn vị giống nhau. Hệ số đối xứng càng gần 1, tính đối xứng của đỉnh càng cao.

Các điều kiện xác định dùng cho phân tích HPLC theo sáng chế được thể hiện sau đây.

Nồng độ chuẩn: 0,5 mg/mL

Dung môi mẫu: Nước

Lượng được phun vào: 15 μ L

Thiết bị dò: Thiết bị dò tán xạ ánh sáng bay hơi (PL-ELS 1000 được sản xuất bởi Polyme Laboratories Ltd.)

Cột silic oxit ODS: “TSKgel ODS-80TM” (có đường kính trong là 4,6 mm và chiều dài 15 cm và được nạp bằng các hạt có đường kính 5 μ m) được sản xuất bởi Tosoh Corporation

Nhiệt độ cột: 40°C

Tốc độ dòng chất lỏng: Tổng tốc độ dòng 0,8 mL/phút

Phân tích HPLC của PVA tự do theo sáng chế được thực hiện bằng quy trình sau đây. Các chất lỏng với các độ phân cực khác nhau được sử dụng trong pha di động. Nước được sử dụng làm pha di động có độ phân cực cao A, và axeton được sử dụng làm pha di động có độ phân cực thấp B. Trước khi phun mẫu, cột của hệ thống HPLC được nạp bằng dung môi được trộn giữa pha di động A và pha di động B tại tỉ lệ thể tích là 9/1. Mẫu được phun trong tình trạng này. Ngay lập tức sau khi phun mẫu, tỉ lệ pha di động B trong hỗn hợp pha di động tăng lên đến tỉ lệ cố định là 3% thể tích/phút trong vòng 30 phút. 30 phút sau khi phun mẫu (trong thời gian này, pha di động B hoàn toàn chi phối pha di động), pha di động B được chảy trong vòng 5 phút.

PVA được sử dụng làm chất phân tán trong quy trình (tốt hơn là polyme

hóa nhũ tương) để tạo ra nhũ tương nước theo sáng chế (PVA này có thể được đề cập trong bản mô tả là “chất phân tán PVA”) tốt hơn là có hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$), như trong trường hợp với PVA tự do, thỏa mãn biểu thức (2) sau đây được xác định bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao gradien dùng tách pha đảo bằng cách sử dụng dung môi rửa giải axeton-nước theo JIS K 0124 (2011).

$$0,70 \leq W_{0,05h}/2f \leq 1,10 \quad (2)$$

(Trong biểu thức, $W_{0,05h}$ thể hiện chiều rộng pic tại 5% chiều cao pic và f thể hiện khoảng cách từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic.)

Nếu hệ số đối xứng của PVA là nhỏ hơn 0,70, nhũ tương nước thu được có tính lỏng không đầy đủ. Hệ số đối xứng tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,75, tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,80, và thậm chí tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 0,83. Nếu hệ số đối xứng là lớn hơn 1,10, lớp phủ được tạo ra từ nhũ tương nước thu được có tính chịu nước không đầy đủ. Hệ số đối xứng tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 1,05, tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 1,00, và thậm chí tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 0,99.

Ví dụ, PVA có thể thu được bằng phản ứng xà phòng hóa nhựa este vinyl với sự có mặt của alkali dưới các điều kiện cụ thể. PVA thu được có trong các nửa phân cực thấp của phân tử được dẫn xuất từ monome este vinyl và các nửa phân cực cao được dẫn xuất từ các thành phần vinyl alcohol thu được từ xà phòng hóa. Do đó, các nửa phân cực thấp và các nửa phân cực cao được phân bố trong phân tử PVA, và độ phân bố ảnh hưởng rõ rệt đến các đặc tính vật lý như là tính hoạt động bề mặt của dung dịch nước của PVA. Hệ số đối xứng thu được bằng phân tích HPLC để xác định làm thế nào các nửa phân cực thấp và các nửa phân cực cao được phân bố trong phân tử PVA. Việc phân bố các nửa phân cực thấp và các nửa phân cực cao trong PVA có thể được kiểm soát đối với một số mức độ bằng cách điều chỉnh các điều kiện xà phòng hóa.

Các ví dụ về phương pháp khả năng kiểm soát việc phân bố các nửa phân cực thấp (các nửa được dẫn xuất từ monome este vinyl) và các nửa phân cực cao (các thành phần rượu vinylic) trong PVA để điều chỉnh hệ số đối xứng gồm có:

1) phương pháp gồm có bước trộn dung dịch bắt đầu xà phòng hóa có este polyvinyl và dung môi hữu cơ với dung dịch chứa chất xúc tác xà phòng hóa (sẽ được đề cập làm “dung dịch chất xúc tác xà phòng hóa”) và cho phép hỗn hợp thu được hóa gel, phương pháp còn bao gồm bước kiểm soát thời gian hoàn thành gelatin hóa; 2) phương pháp gồm có bước xà phòng hóa các nửa este vinyl xà phòng hóa một cách ngẫu nhiên hơn; và 3) phương pháp gồm có phản ứng trao đổi diễn ra giữa các nửa phân cực thấp và các nửa phân cực cao của PVA để tăng tính ngẫu nhiên của việc phân bố các nửa. Ví dụ về phương pháp 1) là một phương pháp trong đó bước xà phòng hóa sử dụng máy trộn tĩnh (tốt hơn là có 5 đến 40 chi tiết) để trộn dung dịch bắt đầu xà phòng hóa và dung dịch chất xúc tác xà phòng hóa và trong đó tốc độ trượt được kì vọng đạt trạng thái và độ lỏng được trộn mong muốn (tốc độ trượt tốt hơn là được điều chỉnh từ 5 đến 90 s⁻¹). Ví dụ về phương pháp 2) là một phương pháp trong đó bước xà phòng hóa gồm có việc thêm lượng xác định nước vào dung dịch bắt đầu xà phòng hóa có este polyvinyl và dung môi hữu cơ và vào dung dịch chất xúc tác xà phòng hóa để xà phòng hóa một cách trực tiếp. Ví dụ về phương pháp 3) là một phương pháp trong đó PVA ở dạng bột được xử lý nhiệt tại nhiệt độ khoảng 100 đến 180°C trong khoảng thời gian xác định.

Độ xà phòng hóa của chất phân tán PVA được đo theo JIS K 6726 (1994). Độ xà phòng hóa của PVA tốt hơn là 80,0 đến 99,5% mol. Nếu độ xà phòng hóa là nhỏ hơn 80,0% mol, PVA có độ ổn định polyme hóa nhũ tương không đầy đủ. Tốt hơn là, độ xà phòng hóa là bằng hoặc lớn hơn 82,0% mol và thậm chí tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 85,0% mol. Nếu độ xà phòng hóa là lớn hơn 99,5% mol, PVA có thể không được tạo ra ổn định. Tốt hơn là, độ xà phòng hóa là bằng hoặc nhỏ hơn 99,0% mol và thậm chí tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 98,5% mol.

Độ polyme hóa của chất phân tán PVA được đo theo JIS K 6726 (1994). Do đó, PVA được tái xà phòng hóa đến độ xà phòng hóa bằng hoặc lớn hơn 99,5% mol, sau đó được tinh chế, và sau đó được đo độ nhớt thực $[\eta]$ (L/g) tại 30°C trong nước, từ đó độ polyme hóa được xác định theo công thức sau.

$$P = ([\eta] \times 10000/8,29)^{(1/0,62)}$$

Độ polyme hóa của chất phân tán PVA tốt hơn là 200 đến 5000. Nếu độ

polyme hóa là nhỏ hơn 200, lớp phủ được tạo ra từ nhũ tương nước thu được có tính chịu nước không đầy đủ. Độ polyme hóa tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 250 và thậm chí tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 300. Nếu độ polyme hóa là lớn hơn 5000, dung dịch nước chứa PVA được hòa tan có độ nhớt quá cao, điều này khiến nhũ tương nước khó xử lý. Độ polyme hóa tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 4500 và thậm chí tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 4000.

Nồng độ các chất rắn của nhũ tương nước theo sáng chế thu được bằng phương pháp bất kỳ trong số các phương pháp được đề cập ở trên không được giới hạn cụ thể, và thường từ 30 đến 60% khối lượng.

Nhũ tương nước theo sáng chế thu được bằng phương pháp bất kỳ trong số các phương pháp được đề cập ở trên có thể được sử dụng. Nhũ tương nước có thể được tùy ý sử dụng trong dạng kết hợp với nhũ tương đã biết hoặc thường được sử dụng thêm vào để tạo ra chế phẩm nhũ tương, miễn là hiệu quả của sáng chế không bị suy yếu. Các ví dụ về chất phụ gia gồm có dung môi hữu cơ (ví dụ, hợp chất thơm như là toluen hoặc xylen, rượu, keton, este, hoặc dung môi được halogen hóa), chất liên kết ngang, chất hoạt động bề mặt, chất dẻo hóa, chất ổn định huyền phù, chất gây lắng, chất cải thiện độ lỏng, chất bảo quản, chất khử bọt, chất lọc, chất làm ướt, chất nhuộm màu, chất liên kết, và chất giữ nước. Các chất này có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc kết hợp với chất khác.

Các ví dụ về chất liên kết ngang gồm có các hợp chất isoxyanat đa chức. Các hợp chất isoxyanat đa chức có hai hoặc nhiều hơn hai nhóm isoxyanat trong phân tử. Các ví dụ về các hợp chất isoxyanat đa chức gồm có tolylen diisoxyanat (TDI), TDI được hydro hóa, sản phẩm cộng TDI-trimetylolpropan (ví dụ, "Desmodur L" có sẵn từ Bayer AG), triphenylmetan triisoxyanat, metylen diphenyl diisoxyanat (MDI), polymetylen polyphenyl polyisoxyanat (PMDI), MDI được hydro hóa, MDI được polyme hóa, hexametylen diisoxyanat, xylylen diisoxyanat, 4,4-dixyclohexylmetan diisoxyanat, và isophoron diisoxyanat. Hợp chất isoxyanat đa chức được sử dụng có thể là prepolymer thu được từ polyme hóa polyol với lượng dư polyisoxyanat và có nhóm đầu cuối chứa nhóm isoxyanat. Các hợp chất isoxyanat đa chức ở trên có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc kết hợp với hợp chất khác.

Các ví dụ về chất dẻo hóa gồm có hợp chất este axit dicarboxylic và hợp chất chứa aryloxy.

Các ví dụ về hợp chất este axit dicarboxylic gồm có 2,2,4-trimetyl-1,3-pentanediol diisobutyrat, metyl adipat, dimetyl succinat, dimetyl glutarat, dibutyl phtalat, diphenyl phtalat, dihexyl phtalat, dicyclohexyl phtalat, dihydroabietyl phtalat, và dimetyl isophtalat.

[0039] Các ví dụ về nhóm aryloxy của hợp chất chứa aryloxy gồm có nhóm phenoxy và nhóm phenoxy được thế, và các ví dụ về nhóm phenoxy được thế gồm có các nhóm alkoxyphenoxy C_1 đến C_{12} và các nhóm alkylphenoxy C_1 đến C_{12} . Số lượng phần tử thay thế tốt hơn là, nhưng không giới hạn, 1 đến 5 và tốt hơn là 1 đến 3. Hợp chất chứa phenoxy được thế hoặc không được thế tốt hơn là hợp chất chứa aryloxy, và tốt hơn nữa là hợp chất chứa phenoxy được thế hoặc không được thế không chứa nhóm vinyl. Các ví dụ cụ thể về hợp chất chứa aryloxy gồm có etylen glycol monophenyl ete, polypropylen glycol monophenyl ete, polyoxyetylen nonylphenyl ete, và polyoxyetylen di(nonyl)phenyl ete. Các chất dẻo hóa ở trên có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc kết hợp với hợp chất khác.

<Chất kết dính>

Chất kết dính chứa nhũ tương nước theo sáng chế là một phương án theo sáng chế. Phương pháp được ưu tiên hơn để tạo ra chất kết dính theo sáng chế đó là kết hợp thành phần phụ chứa hợp chất isoxyanat đa chức vào trong thành phần chính gồm có nhũ tương nước theo sáng chế. Thành phần phụ tốt hơn là chứa chất dẻo hóa làm chất phụ gia khác ngoài ra hợp chất isoxyanat đa chức đảm nhiệm làm chất liên kết ngang. Các hợp chất được đề cập ở trên có thể được sử dụng làm hợp chất isoxyanat đa chức và chất dẻo hóa.

Lượng hợp chất isoxyanat đa chức có thể được điều chỉnh theo các trường hợp khác nhau. Lượng chất rắn của hợp chất isoxyanat đa chức tốt hơn là 3 đến 100 phần khối lượng và tốt hơn là 5 đến 50 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng chất rắn trong thành phần chính. Khi lượng hợp chất isoxyanat đa chức nằm trong khoảng trên, nhũ tương nước có độ bền liên kết cao có thể được tạo ra với chi phí thấp. Phương pháp khả dụng dùng tính toán lượng chất rắn là phương pháp đo nồng độ các chất rắn của các nhũ tương nước trong việc

đánh giá độ ổn định cơ theo các ví dụ được mô tả dưới đây. Nhũ tương nước theo sáng chế có thể được sử dụng đa dạng trong các ứng dụng khác nhau như là sơn, tác nhân xử lý sợi quang học, tác nhân xử lý giấy, chất liên kết dùng cho nền vô cơ, chất phụ gia xi măng, và sơn vữa. Ngoài ra, nhũ tương nước có thể được phun khô thành nhũ tương dạng bột, nhũ tương này cũng được sử dụng một cách hiệu quả.

Lượng chất dẻo hóa có thể được điều chỉnh theo các trường hợp khác nhau. Lượng chất rắn trong chất dẻo hóa tốt hơn là 0,5 đến 20 phần khối lượng và tốt hơn là 1,0 đến 10 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng chất rắn trong thành phần chính. Tốt hơn là lượng chất dẻo hóa không chỉ nằm trong khoảng này mà còn thấp hơn lượng hợp chất isoxyanat đa chức. Khi lượng chất dẻo hóa nằm trong khoảng này, chất kết dính có độ bền liên kết cao có thể thu được. Phương pháp khả dụng dùng tính toán lượng các chất rắn là phương pháp đo nồng độ các chất rắn của các nhũ tương nước trong việc đánh giá độ ổn định cơ theo các ví dụ được mô tả dưới đây.

<Phương pháp tạo ra nhũ tương nước>

Như được mô tả ở trên, ví dụ về phương pháp tạo ra nhũ tương nước thỏa mãn các yêu cầu nêu ra trong sáng chế là một phương pháp trong đó: 1) monome chưa no etylen là nhũ tương được polyme hóa bằng cách sử dụng chất khơi mào polyme hóa được lựa chọn chính xác với lượng từ 0,5 đến 40 phần khối lượng chất phân tán PVA thỏa mãn biểu thức (2) tính theo 100 phần khối lượng monome. Các ví dụ phương pháp kiểm soát polyme hóa nhũ tương gồm có: 2) điều chỉnh lượng PVA được thêm vào tính theo monome chưa no etylen; và 3) điều chỉnh lượng nước trao đổi ion được sử dụng. Việc kết hợp các phương pháp này cũng có thể được sử dụng làm phương pháp tạo ra nhũ tương nước theo sáng chế.

Phương pháp tạo ra nhũ tương nước theo sáng chế không được giới hạn cụ thể, và ví dụ về phương pháp là polyme hóa nhũ tương 100 phần khối lượng monome chưa no etylen với lượng từ 0,5 đến 40 phần khối lượng chất phân tán PVA. Khi chất phân tán polyme hóa nhũ tương được thêm vào trong hệ thống polyme hóa trong phương pháp này, việc làm thế nào để đưa và thêm chất phân

tán không được giới hạn cụ thể. Các ví dụ về phương pháp đưa và điều chỉnh chất phân tán gồm có: thêm chất phân tán polyme hóa nhũ tương vào hệ thống polyme hóa tất cả trong một lần vào lúc bắt đầu polyme hóa; và thêm chất phân tán liên tục polyme hóa. Thêm chất phân tán polyme hóa nhũ tương vào hệ thống polyme hóa tất cả một lúc tại thời điểm bắt đầu polyme hóa được ưu tiên hơn xét trên việc tăng độ ghép của PVA trên thể phân tán nhũ tương.

Lượng chất phân tán polyme hóa nhũ tương PVA được sử dụng trong polyme hóa nhũ tương tốt hơn là 0,5 đến 40 phần khối lượng, tốt hơn là 0,6 đến 20 phần khối lượng, thậm chí tốt hơn là 0,7 đến 15 phần khối lượng, và đặc biệt tốt hơn là 0,9 đến 9 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng monome chưa no etylen.

Làm chất khơi mào polyme hóa trong polyme hóa nhũ tương sử dụng chất phân tán polyme hóa nhũ tương PVA, có thể sử dụng các chất khơi mào polyme hóa nhũ tương thông thường như là các chất khơi mào đơn hòa tan nước (các chất này cũng được sử dụng làm các chất khơi mào một thành phần) và các chất khơi mào oxy hóa khử hòa tan nước. Các chất khơi mào này có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc kết hợp với hợp chất khác. Các chất khơi mào oxy hóa khử được ưu tiên hơn.

Các ví dụ các chất khơi mào đơn hòa tan nước gồm có chất khơi mào azo và peroxit như là hydrogen peroxit hoặc muối axit persulfuric (kali persulfat, natri persulfat, hoặc amoni persulfat). Các ví dụ chất khơi mào azo gồm có 2,2'-azobis(isobutyronitril), 2,2'-azobis(2,4-dimetylvaleronitril), và 2,2'-azobis(4-metoxi-2,4-dimetylvaleronitril).

Chất khơi mào oxy hóa khử được sử dụng có thể là chất khơi mào gồm có chất oxy hóa và chất khử. Peroxit tốt hơn làm chất oxy hóa. Các ví dụ về chất khử gồm có ion kim loại và các hợp chất khử. Các ví dụ kết hợp chất oxy hóa và chất khử gồm có: kết hợp peroxit và ion kim loại; kết hợp peroxit và hợp chất khử; và kết hợp peroxit, ion kim loại, và hợp chất khử. Các ví dụ về peroxit gồm có: hydro peroxit; các hydroperoxit như là cumen hydroperoxit và t-butyl hydro peroxit; các muối axit persulfuric (kali persulfat, natri persulfat, và amoni persulfat); t-butyl peroxyaxetat; và peresters (t-butyl peroxybenzoat). Các ví dụ

ion kim loại gồm có ion kim loại như là Fe^{2+} , Cr^{2+} , V^{2+} , Co^{2+} , Ti^{3+} , và Cu^{+} mà có khả năng chuyển đổi một electron. Các ví dụ về hợp chất khử gồm có natri hydro sulfit, natri hydro carbonat, axit tartaric, fructoza, dextroza, sorboza, inositol, rongalite, và axit ascorbic. Được ưu tiên hơn là kết hợp ít nhất một chất oxy hóa được lựa chọn từ nhóm gồm có hydro peroxit, kali persulfat, natri persulfat, và amoni persulfat và ít nhất một chất khử được lựa chọn từ nhóm gồm có natri hydro sulfit, natri hydro carbonat, axit tartaric, rongalite, và axit ascorbic, và được ưu tiên hơn nữa là kết hợp hydro peroxit và ít nhất một chất khử được lựa chọn từ nhóm gồm có natri hydro sulfit, natri hydro carbonat, axit tartaric, rongalite, và axit ascorbic.

Môi trường phân tán được sử dụng trong polyme hóa nhũ tương tốt hơn là môi trường nước cơ sở nước. Môi trường nước cơ sở nước có thể chứa dung môi hữu cơ hòa tan được trong nước (như là rượu hoặc keton) hòa tan hoàn toàn trong nước. Thuật ngữ “môi trường nước cơ sở nước” được sử dụng trong bản mô tả đề cập đến môi trường phân tán chứa bằng hoặc lớn hơn 50% khối lượng nước. Xét trên cân cân chi phí và môi trường, môi trường phân tán tốt hơn là môi trường nước chứa bằng hoặc lớn hơn 90% khối lượng nước và tốt hơn là nước. Phương pháp tạo ra nhũ tương nước tốt hơn là gồm có, trước khi bắt đầu polyme hóa nhũ tương, gia nhiệt chất phân tán PVA để hòa tan PVA trong môi trường phân tán, làm lạnh dung dịch thu được, và rửa sạch dung dịch bằng nitơ. Nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn là bằng hoặc cao hơn 90°C . Nhiệt độ trong khi polyme hóa nhũ tương tốt hơn là, nhưng không bị giới hạn ở, khoảng 20 đến 85°C và tốt hơn là khoảng 40 đến 80°C .

Sáng chế gồm có các phương án thu được bằng việc kết hợp các đặc tính ở trên theo các cách khác nhau nằm trong phạm vi kỹ thuật của sáng chế miễn là đạt được hiệu quả của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Tiếp theo, sáng chế sẽ được mô tả cụ thể hơn bằng các ví dụ. Sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ sau đây và có thể được thay đổi theo nhiều cách khác nhau bởi người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này mà không nằm ngoài phạm vi của sáng chế. Cần lưu ý rằng trong các ví dụ và các ví dụ so

sánh sau đây, nếu không có chỉ dẫn đặc biệt khác, “phần” và “%” đề cập đến một cách lần lượt “phần khối lượng” và “% khối lượng”.

Các PVA tự do trong các nhũ tương nước thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được tách từ nhũ tương theo phương pháp được mô tả dưới đây, và các đặc tính vật lý của các PVA tự do được đo bằng các phương pháp được mô tả dưới đây. PVA-1, PVA-2, PVA-3, và PVA-4, được sử dụng trong sản xuất nhũ tương nước và sẽ được mô tả dưới đây, cũng được kiểm nghiệm về các đặc tính vật lý nhờ các phương pháp được mô tả dưới đây.

[Phương pháp tách PVA tự do từ nhũ tương nước]

Mỗi nhũ tương nước thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được pha loãng bằng nước để đạt nồng độ các chất rắn là 10% khối lượng và sau đó được quay li tâm bằng cách sử dụng máy tách li tâm (SCR-20B, được sản xuất bởi Hitachi Koki Co., Ltd.) tại 20,000 rpm trong vòng 30 phút. Lớp dung dịch nước bề mặt thu được được gom, và nước được làm bay hơi hoàn toàn từ dung dịch nước được gom để thu được PVA tự do ở dạng các chất rắn.

[Độ polyme hóa trung bình nhót của PVA]

Độ polyme hóa trung bình nhót của mỗi PVA được xác định bằng phương pháp trong JIS K 6726 (1994).

[Độ xà phòng hóa của PVA]

Độ xà phòng hóa của mỗi PVA được xác định bằng phương pháp trong JIS K 6726 (1994).

[Các điều kiện đo HPLC của PVA]

Mỗi PVA được điều chỉnh đến nồng độ 0,5 mg/mL bằng cách sử dụng nước làm dung môi để tạo ra mẫu đo. “LC-10ADvp” được sản xuất bởi Shimadzu Corporation được sử dụng làm hệ thống HPLC, “TSKgel ODS-80TM” (có đường kính trong 4,6 mm và chiều dài 15 cm và được nạp bằng các hạt có đường kính 5 μ m) được sản xuất bởi Tosoh Corporation được sử dụng làm cột HPLC, và “PL-ELS1000” được sản xuất bởi Polyme Laboratories Ltd. được sử dụng làm thiết bị dò tán xạ ánh sáng bay hơi. Quy trình phân tích sẽ được mô tả sau đây. Nước được sử dụng làm pha di động A và axeton được sử dụng làm pha di động B. Vào lúc bắt đầu phân tích, hệ thống HPLC được nạp

bằng dung môi trộn giữa pha di động A và pha di động B tại tỉ lệ thể tích 9/1. Trong tình trạng này, mẫu được phun với lượng 15 μL . Ngay lập tức sau khi phun mẫu, tỉ lệ pha di động B trong hỗn hợp pha di động được tăng lên đến tỉ lệ cố định 3% vol/phút trong vòng 30 phút. 30 phút sau khi phun mẫu (trong thời gian này, pha di động B hoàn toàn chỉ phối pha di động), pha di động B được chảy trong vòng 5 phút. Nhiệt độ cột là 40°C, và tốc độ dòng chất lỏng là 0,8 mL/phút trên tổng. Việc xác định đường cơ sở được hoàn thành nhờ việc phân tích dung dịch phép thử trống mà được tạo ra theo cách tương tự làm mẫu phân tích ngoại trừ việc hòa tan PVA.

[Tính toán hệ số đối xứng]

Hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) được xác định bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao gradien dùng tách pha đảo bằng cách sử dụng dung môi rửa giải axeton-nước theo JIS K 0124 (2011). $W_{0,05h}$ thể hiện chiều rộng pic tại 5% chiều cao pic, và f thể hiện khoảng cách từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic đến giao điểm b nằm giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic. Do đó, hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) được tính toán bằng cách sử dụng chiều rộng pic ($W_{0,05h}$) tại 5% chiều cao pic được đo bằng phân tích HPLC dưới các điều kiện ở trên (tại chiều cao tương ứng 1/20 chiều cao pic từ đường cơ sở) và khoảng cách (f) từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic được đo đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic. Fig.1 thể hiện ví dụ của các kết quả phân tích HPLC.

Các nhũ tương nước và các chất kết dính thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được kiểm nghiệm nhờ các phương pháp được mô tả dưới đây.

[Độ ổn định cơ của nhũ tương nước]

Mỗi nhũ tương axetat polyvinyl thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được kiểm nghiệm bằng cách sử dụng thiết bị thử độ ổn định cơ loại Maron (được sản xuất bởi Shinsei Sangyo Co., Ltd. dưới tên thương mại “MARON 1000 rpm”) tại 20°C và 1000 rpm với tải trọng 0,5 kg/cm² trong vòng 10 phút. Nhũ tương sau đó được lọc thông qua thiết bị rây bằng thép không gỉ có 60 lỗ rây (thiết bị rây tiêu chuẩn ASTM), và tỉ lệ (%) khối lượng bã cặn lọc đến khối

lượng chất rắn trong nhũ tương được đo. Tỷ lệ khối lượng bã cặn lọc càng thấp, độ ổn định cơ càng tốt. Tỷ lệ khối lượng bã cặn lọc được xác định cho nhũ tương nước tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 1,0%, tốt hơn nữa là bằng hoặc nhỏ hơn 0,4%, thậm chí tốt hơn nữa là bằng hoặc nhỏ hơn 0,2%, và đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 0,1% . Nồng độ các chất rắn và khối lượng bã cặn lọc được đo như sau.

(1) Phương pháp đo nồng độ các chất rắn

Lượng 3g nhũ tương nước được đặt trong đĩa nhôm, được cân chính xác. Nhũ tương sau đó được làm khô bằng máy sấy tại 105°C trong vòng 24 giờ để bay hơi nước. Khối lượng sản phẩm khô thu được được đo, và nồng độ các chất rắn được tính toán từ tỷ lệ khối lượng.

(2) Phương pháp đo khối lượng bã cặn lọc

Bã cặn lọc được làm khô bằng máy sấy tại 105°C trong vòng 24 giờ để bay hơi nước, và khối lượng sản phẩm khô thu được được xác định làm khối lượng bã cặn lọc.

[Tính chịu nước của lớp phủ được tạo ra từ nhũ tương nước]

Mỗi nhũ tương axetat polyvinyl thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được đúc lên màng PET tại nhiệt độ 20°C và độ ẩm 65% RH và làm khô trong vòng 1 tuần, sau đó sản phẩm khô thu được được tách từ màng PET. Do đó, thu được màng dày 450- μ m. Một phần của màng được lấy mẫu và làm khô tại 105°C trong vòng 2 giờ. Nồng độ các chất rắn (i) (% khối lượng) của màng được xác định từ việc thay đổi khối lượng trước và sau khi làm khô. Ngoài ra, đoạn 10 cm $\times$ 10 cm được cắt ra từ màng dày 450- μ m và khối lượng của nó (ii) được đo. Khối lượng các chất rắn (ii') trong đoạn màng được xác định bằng công thức (3) dưới đây bằng cách sử dụng nồng độ các chất rắn màng (i) (% khối lượng). Đoạn màng này được nhúng trong nước nóng 90°C trong vòng 30 phút, sau đó dung dịch thu được được làm lạnh đến nhiệt độ phòng và được quay li tâm bằng cách sử dụng máy tách li tâm (SCR-20B, được sản xuất bởi Hitachi Koki Co., Ltd.) tại 20000 rpm trong vòng 30 phút. Các chất rắn thu được được gom và làm khô tại 105°C trong vòng 2 giờ, sau đó khối lượng của chúng (iii) được đo. Độ hòa tan được tính toán bằng công thức (4) dưới đây, và tính chịu nước của lớp phủ được

đánh giá theo tiêu chí được liệt kê dưới đây.

Sự hiệu chỉnh khối lượng màng trước khi nhúng: (ii') = (ii) × (i)/100

Công thức (3)

Độ hòa tan (%) = $\frac{(ii') - (iii)}{(ii')} \times 100$ Công thức (4)

A: Nhỏ hơn 55%

B: Bằng hoặc lớn hơn 55% và nhỏ hơn 60%

C: Bằng hoặc lớn hơn 60% và nhỏ hơn 65%

D: Bằng hoặc lớn hơn 65% và nhỏ hơn 70%

E: Bằng hoặc lớn hơn 70%

[Độ bền liên kết ban đầu của chất kết dính]

Mỗi chất kết dính thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được sử dụng để liên kết các tấm giấy gói hàng loại dày lại với nhau; cụ thể, chất kết dính được phun bằng cách sử dụng máy thử độ bền liên kết ban đầu (JT-1) được sản xuất bởi Japan Tobacco Inc. tại tốc độ phun 30 m/phút và nhiệt độ 30°C với lượng 100 g/m² (Wet). Sau đó tiến hành thử nghiệm bóc tách trong đó thời gian lắp ráp là 2 giây và thời gian ép là 10 giây. Độ bền liên kết ban đầu của mỗi chất kết dính được đánh giá theo tiêu chí sau đây.

A: Vỡ hoàn toàn.

B: Vỡ một phần.

C: Hầu như không vỡ.

[Sự bắn tóe của chất kết dính trong khi phun ở tốc độ cao]

Mỗi chất kết dính thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được phun lên lõi giấy bằng cách sử dụng máy hồ giấy dạng con lăn tại tốc độ phun 1000 m/phút và nhiệt độ 30°C, và lõi giấy được tạo ra. Sự bắn tóe của chất kết dính từ máy hồ giấy dạng con lăn trong quy trình này được đánh giá theo tiêu chí sau đây.

A: Không bắn tóe.

B: Bắn tóe nhẹ.

C: Bắn tóe nhiều, dẫn đến sai sót trong khi phun.

[Độ bền liên kết của chất kết dính tại nhiệt độ cao và độ ẩm cao]

Mẫu đại diện được tạo ra bằng cách sử dụng mỗi chất kết dính thu được

trong các ví dụ và các ví dụ so sánh theo các điều kiện dưới đây. Độ bền liên kết của mẫu đại diện trong điều kiện bình thường và độ bền liên kết của mẫu đại diện được nhúng lặp lại trong nước sôi được đo, và độ bền liên kết được đánh giá theo tiêu chí được liệt kê dưới đây.

Độ bền liên kết gỗ

[Các điều kiện liên kết]

Mặt bám dính: gỗ bu lô/gỗ bu lô (hạt nhẵn) với lượng nước 8%

Độ trải rộng: 250 g/m^2 (trải rộng gấp đôi)

Phương pháp áp dụng: áp dụng bằng tay

Thời gian lắp ráp: 1 phút

Các điều kiện ép: tại 20°C trong vòng 24 giờ với áp suất 10 kg/cm^2

[Các điều kiện đo] Độ bền liên kết trượt nén được đo theo JIS K 6852 (1994).

(1) Độ bền trong điều kiện bình thường: Mẫu đại diện được già hóa tại 20°C trong vòng 7 ngày, và độ bền liên kết của mẫu đại diện được già hóa được đo.

A: bằng hoặc lớn hơn 180 kg/cm^2

B: bằng hoặc lớn hơn 120 kg/cm^2 và nhỏ hơn 180 kg/cm^2

C: nhỏ hơn 120 kg/cm^2

(2) Nhúng lặp lại trong nước sôi: Mẫu đại diện được già hóa tại 20°C trong vòng 7 ngày, sau đó được nhúng trong nước sôi trong vòng 4 giờ, sau đó được làm khô trong không khí tại 60°C trong vòng 20 giờ, và còn được nhúng trong nước sôi trong vòng 4 giờ, sau mẫu đại diện được làm lạnh trong nước ở nhiệt độ phòng và mẫu đại diện ướt được đưa ra để kiểm nghiệm.

A: bằng hoặc lớn hơn 80 kg/cm^2

B: bằng hoặc lớn hơn 50 kg/cm^2 và nhỏ hơn 80 kg/cm^2

C: nhỏ hơn 50 kg/cm^2

(Sản xuất PVA-1)

Bình polyme hóa (buồng polyme hóa liên tục) được trang bị với thiết bị ngưng hồi lưu, đường cấp nguyên liệu, nhiệt kế, đầu vào nitơ, và cánh khuấy; và bộ phận được trang bị với thiết bị ngưng hồi lưu, đường cấp nguyên liệu, đường

gom dung dịch phản ứng, nhiệt kế, đầu vào nitơ, và cánh khuấy được sử dụng. Vinyl axetat (700 L/H), metanol (122 L/H), và dung dịch metanol 1% (0,4 L/H) của 2,2'-azobis(4-metoxi-2,4-dimetylvaleronitril) (AMV) được nạp liên tục vào buồng polyme hóa liên tục bằng cách dùng bơm định lượng. Dung dịch polyme hóa được gom liên tục từ buồng polyme hóa sao cho mức chất lỏng trong buồng polyme hóa được giữ nguyên. Tốc độ polyme hóa tại đầu ra của buồng polyme hóa được kiểm soát đến 25,0%. Thời gian ổn định trong buồng polyme hóa là 5 giờ. Nhiệt độ tại đầu ra của buồng polyme hóa là 63°C. Hơi metanol được đưa vào trong dung dịch polyme hóa được gom từ buồng polyme hóa để loại bỏ monome vinyl axetat được mà không phản ứng. Do đó, thu được dung dịch metanol của polyme vinyl axetat (nồng độ: 30% khối lượng).

Dung dịch metanol của polyvinyl axetat (PVAc) (nồng độ: 30% khối lượng) thu được trong quy trình polyme hóa ở trên được nạp làm dung dịch bắt đầu xà phòng hóa tại tốc độ 4200 L/h, trong khi dung dịch metanol của natri hydroxit (nồng độ: 4% khối lượng) đảm nhận làm dung dịch chất xúc tác xà phòng hóa được nạp với tốc độ 147 L/h. Do đó, dung dịch bắt đầu xà phòng hóa và dung dịch chất xúc tác xà phòng hóa đã nạp được trộn bằng cách sử dụng máy trộn tĩnh với 22 chi tiết tại tốc độ trượt là $10,6 \text{ s}^{-1}$. Độ giảm áp trên chi tiết là 0,04 MPa. Do đó, hỗn hợp thu được được đặt trên băng chuyền và để dưới nhiệt độ 40°C trong vòng 18 phút để tiến hành phản ứng xà phòng hóa tiến hành. Sau đó, sản phẩm phản ứng được nghiền và làm khô để thu được rượu polyvinyl (PVA-1). Do đó, PVA-1 thu được có độ polyme hóa trung bình nhớt là 2400, độ xà phòng hóa là 88,0% mol, và hệ số đối xứng như được thể hiện trong biểu thức (2) là 0,88.

(Sản xuất PVA-2)

Buồng polyme hóa liên tục được trang bị với thiết bị ngưng hồi lưu, đường cấp nguyên liệu, nhiệt kế, đầu vào nitơ, và cánh khuấy; và bộ phận được trang bị với thiết bị ngưng hồi lưu, đường cấp nguyên liệu, đường gom dung dịch phản ứng, nhiệt kế, đầu vào nitơ, và cánh khuấy được sử dụng. Vinyl axetat (437 L/H), metanol (97 L/H), và dung dịch metanol 1% của AMV (1,1 L/H) được nạp liên tục vào buồng polyme hóa liên tục nhờ dùng bơm định lượng. Dung dịch

polyme hóa được gom liên tục từ buồng polyme hóa sao cho mức chất lỏng trong buồng polyme hóa được giữ nguyên. Tốc độ polyme hóa tại đầu ra của buồng polyme hóa được kiểm soát đến 40,0%. Thời gian ổn định trong buồng polyme hóa là 5 giờ. Nhiệt độ tại đầu ra của buồng polyme hóa là 63°C. Hơi metanol được đưa vào trong dung dịch polyme hóa được gom từ buồng polyme hóa để loại bỏ monome vinyl axetat mà không phản ứng. Do đó, thu được dung dịch metanol của polyme vinyl axetat (nồng độ: 32% khối lượng).

Dung dịch metanol của polyvinyl axetat (PVAc) (nồng độ: 32% khối lượng) thu được trong quy trình polyme hóa ở trên được nạp làm dung dịch bắt đầu xà phòng hóa tại tốc độ 4600 L/h, trong khi dung dịch metanol của natri hydroxit (nồng độ: 4% khối lượng) đảm nhận làm dung dịch chất xúc tác xà phòng hóa được nạp tại tốc độ 205 L/h. Do đó, dung dịch bắt đầu xà phòng hóa và dung dịch chất xúc tác xà phòng hóa đã nạp được trộn bằng cách sử dụng máy trộn tĩnh có 36 chi tiết tại tốc độ trượt là 70 s^{-1} . Độ giảm áp trên chi tiết là 0,04 MPa. Do đó, hỗn hợp thu được được đặt trên băng chuyền và để dưới nhiệt độ 40°C trong vòng 18 phút để tiến hành phản ứng xà phòng hóa. Sau đó, sản phẩm phản ứng được nghiền và làm khô để thu được rượu polyvinyl (PVA-2). Do đó, PVA-2 thu được có độ polyme hóa trung bình nhất là 1700, độ xà phòng hóa là 98,5% mol, và hệ số đối xứng như được thể hiện trong biểu thức (2) là 0,77.

(Sản xuất PVA-3)

Buồng polyme hóa liên tục được trang bị với thiết bị ngưng hồi lưu, đường cấp nguyên liệu, nhiệt kế, đầu vào nitơ, và cánh khuấy; và bộ phận được trang bị với thiết bị ngưng hồi lưu, đường cấp nguyên liệu, đường gom dung dịch phản ứng, nhiệt kế, đầu vào nitơ, và cánh khuấy được sử dụng. Vinyl axetat (437 L/H), metanol (97 L/H), và dung dịch metanol 1% của AMV (1,1 L/H) được nạp liên tục vào buồng polyme hóa liên tục nhờ bơm định lượng. Dung dịch polyme hóa được gom liên tục từ buồng polyme hóa sao cho mức chất lỏng trong buồng polyme hóa được giữ nguyên. Tốc độ polyme hóa tại đầu ra của buồng polyme hóa được kiểm soát đến 40,0%. Thời gian ổn định trong buồng polyme hóa là 5 giờ. Nhiệt độ tại đầu ra của buồng polyme hóa là 63°C. Hơi metanol được đưa vào trong dung dịch polyme hóa được gom từ buồng polyme hóa để loại bỏ

monome vinyl axetat mà không phản ứng. Do đó, thu được dung dịch metanol của poly(vinyl axetat) (nồng độ: 32% khối lượng).

Dung dịch metanol của poly(vinyl axetat) (PVAc) (nồng độ: 32% khối lượng) thu được trong quy trình polyme hóa ở trên được nạp làm dung dịch bắt đầu xà phòng hóa tại tốc độ 4200 L/h, trong khi dung dịch metanol của natri hydroxit (nồng độ: 4% khối lượng) đảm nhận làm dung dịch chất xúc tác xà phòng hóa được nạp tại tốc độ 313 L/h. Do đó, dung dịch bắt đầu xà phòng hóa và dung dịch chất xúc tác xà phòng hóa đã nạp được trộn bằng cách sử dụng máy trộn tĩnh có 45 chi tiết tại tốc độ trượt là 100 s^{-1} . Độ giảm áp trên chi tiết là 0,04 MPa. Do đó, hỗn hợp thu được được đặt trên băng chuyền và để dưới nhiệt độ 40°C trong vòng 18 phút để tiến hành phản ứng xà phòng hóa. Sau đó, sản phẩm phản ứng được nghiền và làm khô để thu được rượu poly(vinyl) (PVA-3). Do đó, PVA-3 thu được có độ polyme hóa trung bình nhớt là 1700, độ xà phòng hóa là 99,95% mol, và hệ số đối xứng như được thể hiện trong biểu thức (2) là 0,65.

(Sản xuất PVA-4)

Buồng polyme hóa liên tục được trang bị với thiết bị ngưng hồi lưu, đường cấp nguyên liệu, nhiệt kế, đầu vào nitơ, và cánh khuấy; và bộ phận được trang bị với thiết bị ngưng hồi lưu, đường cấp nguyên liệu, đường gom dung dịch phản ứng, nhiệt kế, đầu vào nitơ, và cánh khuấy được sử dụng. Vinyl axetat (500 L/H), metanol (103 L/H), và dung dịch metanol 1% của AMV (0,8 L/H) được nạp liên tục vào buồng polyme hóa liên tục nhờ bơm định lượng. Dung dịch polyme hóa được gom liên tục từ buồng polyme hóa sao cho mức chất lỏng trong buồng polyme hóa được giữ nguyên. Tốc độ polyme hóa tại đầu ra của buồng polyme hóa được kiểm soát đến 35,0%. Thời gian ổn định trong buồng polyme hóa là 5 giờ. Nhiệt độ tại đầu ra của buồng polyme hóa là 63°C . Hơi metanol được đưa vào trong dung dịch polyme hóa được gom từ buồng polyme hóa để loại bỏ monome vinyl axetat mà không phản ứng. Do đó, thu được dung dịch metanol của poly(vinyl axetat) (nồng độ: 30% khối lượng).

Dung dịch metanol của poly(vinyl axetat) (PVAc) (nồng độ: 30% khối lượng) thu được trong quy trình polyme hóa ở trên được nạp làm dung dịch bắt

đầu xà phòng hóa tại tốc độ 3500 L/h, trong khi dung dịch metanol của natri hydroxit (nồng độ: 4% khối lượng) đảm nhận làm dung dịch chất xúc tác xà phòng hóa được nạp tại tốc độ 98 L/h. Do đó, dung dịch bắt đầu xà phòng hóa và dung dịch chất xúc tác xà phòng hóa đã nạp được trộn bằng cách sử dụng máy trộn tĩnh có 4 chi tiết tại tốc độ trượt là 4 s^{-1} . Độ giảm áp trên chi tiết là 0,04 MPa. Hỗn hợp do đó thu được được đặt trên băng chuyền và để dưới nhiệt độ 40°C trong vòng 18 phút để tiến hành phản ứng xà phòng hóa. Sản phẩm phản ứng sau đó được nghiền và làm khô để thu được rượu polyvinyl (PVA-4). Do đó, thu được PVA-4 có độ polyme hóa trung bình nhớt là 2000, độ xà phòng hóa là 80,0% mol, và hệ số đối xứng như được thể hiện trong biểu thức (2) là 1,28.

[Ví dụ 1]

(Sản xuất nhũ tương nước)

Lượng 258,1g nước trao đổi ion và 18,9g PVA-1 được đặt trong bình polyme hóa làm bằng thủy tinh 1 L được trang bị với thiết bị ngưng hồi lưu, phễu giọt, nhiệt kế, và đầu vào nitơ. PVA-1 được hòa tan hoàn toàn tại 95°C để tạo ra dung dịch nước PVA. Dung dịch nước PVA này sau đó được làm lạnh và làm sạch bằng nitơ, và 25,2g vinyl axetat được thêm vào dung dịch dưới việc khuấy ở 200 rpm, sau đó tăng nhiệt độ tới 60°C . Sau đó, chất khơi mào oxy hóa khử chứa 6,9g hydro peroxit 5% và 3,0g axit tartaric 20% được thêm vào polyme hóa nhũ tương ban đầu. 15 phút sau khi bắt đầu polyme hóa, vinyl axetat được thêm liên tục trong tổng lượng 226,4 g trong vòng 3 giờ, sau đó 0,9g hydro peroxit 5% và 0,3g axit tartaric 20% được thêm vào để hoàn thành polyme hóa, tạo ra nhũ tương polyvinyl axetat có nồng độ các chất rắn là 49,5% khối lượng. Trong nhũ tương này, lượng este vinyl (đơn vị riêng) là 100% khối lượng tính theo tổng mắt xích monome của polyme có mặt làm thể phân tán. Các kết quả đánh giá các đặc tính vật lý của nhũ tương thu được được thể hiện trên bảng 2.

(Sản xuất chất kết dính)

100 phần khối lượng (các chất rắn) của nhũ tương nước được thêm vào 5 phần khối lượng etylen glycol monophenyl ete và 25 phần khối lượng polymetylen polyphenyl polyisoxyanat (được sản xuất bởi Nippon Polyurethane Industry Co., Ltd. dưới tên thương mại "Millionate MR-100"), và do đó chất kết

dính được tạo ra. Các kết quả đánh giá chất kết dính thu được được thể hiện trên bảng 2.

[Các ví dụ 2 đến 5 và các ví dụ so sánh 1 đến 4]

Các nhũ tương nước khác nhau được tạo ra theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ rằng polyme hóa nhũ tương được thực hiện bằng cách thay đổi các lượng vinyl axetat được đưa vào ban đầu, PVA, nước trao đổi ion, và vinyl axetat được thêm vào sau đó và các loại PVA và chất khởi xướng như được thể hiện trên bảng 1. Các kết quả đánh giá các nhũ tương nước thu được được thể hiện trên bảng 2.

Các chất kết dính của các ví dụ 2 đến 5 và các ví dụ so sánh 2 đến 4 được tạo ra theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc thay thế nhũ tương nước trong ví dụ 1 bằng các nhũ tương nước khác nhau được tạo ra bằng cách sử dụng các điều kiện được thể hiện trên bảng 1. Các kết quả đánh giá các đặc tính vật lý của các chất kết dính thu được được thể hiện trên bảng 2.

[Bảng 1]

	Các nguyên liệu được đưa vào ban đầu					Vinyl axetat được thêm vào sau (g)	Chất khởi xướng oxy hóa khử
	Vinyl axetat (g)	PVA		Giá trị của biểu thức (2)	Nước trao đổi ion (g)		
		Loại	(g)				
Ví dụ 1	25,2	PVA-1	0,88	18,9	258,1	226,4	Hydro peroxit/Axit tartaric
Ví dụ 2	25,2	PVA-2	0,77	18,9	258,1	226,4	Hydro peroxit/Axit tartaric
Ví dụ 3	12,6	PVA-1	0,88	25,1	344,2	113,2	Hydro peroxit/Axit tartaric
Ví dụ 4	25,2	PVA-1	0,88	15,5	180,4	226,4	Hydro peroxit/Axit tartaric
Ví dụ 5	25,2	PVA-1	0,88	18,9	258,1	226,4	Kali persulfat /Axit tartaric
Ví dụ so sánh 1	25,2	PVA-1	0,88	0,5	250,2	226,4	Hydro peroxit/Axit tartaric
Ví dụ so sánh 2	8,4	PVA-1	0,88	36,6	400	75,5	Hydro peroxit/Axit tartaric
Ví dụ so sánh 3	25,2	PVA-3	0,65	18,9	258,1	226,4	Hydro peroxit/Axit tartaric
Ví dụ so sánh 4	25,2	PVA-4	1,28	18,9	258,1	226,4	Hydro peroxit/Axit tartaric

[Bảng 2]

	PVA tự do				Polyme ²⁾ (Thể phân tán)	Nhũ tương nước		Chất kết dính			Độ bền liên kết		
	Độ polyme hóa	Độ xà phòng hóa (%mol)	Giá trị của biểu thức (1)	Lượng ¹⁾ (phần khối lượng)		Độ ổn định cơ ³⁾ (%)	Tính chịu nước	Độ bền liên kết ban đầu	Sự bắn tóe	Độ bền			
										trong điều kiện bình thường	Sau khi nhúng lặp lại trong nước sôi		
Ví dụ 1	1300	88,0	1,18	3,58	PVAc	0,1	A	A	A	A	A	A	
Ví dụ 2	1000	98,5	0,92	4,25	PVAc	0,1	A	B	A	A	A	A	
Ví dụ 3	1570	88,0	1,03	10,8	PVAc	0,4	A	A	A	A	A	B	
Ví dụ 4	1300	88,0	1,24	2,33	PVAc	0,1	A	B	B	A	A	B	
Ví dụ 5	1300	88,0	0,97	3,93	PVAc	0,1	A	B	A	A	A	B	
Ví dụ so sánh 1	1250	88,0	1,32	0,12	PVAc	Không thu được nhũ tương ổn định							
Ví dụ so sánh 2	1600	88,0	0,91	24,3	PVAc	1,1	B	B	A	B	C		
Ví dụ so sánh 3	1100	99,95	0,83	4,87	PVAc	0,5	A	C	A	B	B		
Ví dụ so sánh 4	1300	80,0	1,39	3,32	PVAc	0,1	E	A	C	B	C		

1) Lượng PVA tự do tính theo 100 phần khối lượng polyme (thể phân tán)

2) PVAc: Polyvinyl axetat

3) Tỷ lệ (%) khối lượng bã cặn lọc so với khối lượng các chất rắn của nhũ tương nước

Bảng 2 cho thấy rằng nhũ tương nước trong các ví dụ 1 đến 5 là vượt trội về độ ổn định cơ và tính chịu nước của các lớp phủ. Bảng này cũng cho thấy rằng các chất kết dính chứa nhũ tương nước này không bị bắn tóe trong khi phun ở tốc độ cao, có độ bền liên kết ban đầu cao, và thể hiện độ bền liên kết cao tại nhiệt độ cao và độ ẩm cao.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Nhũ tương nước theo sáng chế là vượt trội trong độ ổn định cơ và tính chịu nước của các lớp phủ. Chất kết dính theo sáng chế mà chứa nhũ tương nước không bị bắn tóe trong khi phun ở tốc độ cao, có độ bền liên kết ban đầu cao, và thể hiện độ bền liên kết cao tại nhiệt độ cao và độ ẩm cao.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Nhũ tương nước chứa polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen làm thể phân tán và rượu polyvinyl làm chất phân tán, trong đó:

lượng rượu polyvinyl có mặt ở dạng rượu polyvinyl tự do trong nhũ tương nước,

hàm lượng rượu polyvinyl tự do là 0,2 đến 20 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen,

rượu polyvinyl tự do có độ xà phòng hóa là 80,0 đến 99,5% mol và độ polyme hóa trung bình nhớt là 200 đến 5000, và

rượu polyvinyl tự do có hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) thỏa mãn biểu thức (1) sau đây được xác định bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao gradien dùng tách pha đảo bằng cách sử dụng dung môi rửa giải axeton-nước theo JIS K 0124 (2011):

$$0,85 \leq W_{0,05h}/2f \leq 1,30 \quad (1),$$

trong đó $W_{0,05h}$ thể hiện chiều rộng pic tại 5% chiều cao pic và f thể hiện khoảng cách từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic.

2. Nhũ tương nước theo điểm 1, được tạo ra bằng cách polyme hóa nhũ tương của monome chưa no etylen sử dụng rượu polyvinyl với lượng 0,5 đến 40 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng monome chưa no etylen, trong đó rượu polyvinyl có hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) thỏa mãn biểu thức (2) sau đây được xác định bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao gradien dùng tách pha đảo sử dụng dung môi rửa giải axeton-nước theo JIS K 0124 (2011):

$$0,70 \leq W_{0,05h}/2f \leq 1,10 \quad (2),$$

trong đó $W_{0,05h}$ thể hiện chiều rộng pic tại 5% chiều cao pic và f thể hiện khoảng cách từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic.

3. Nhũ tương nước theo điểm 1 hoặc 2, trong đó polyme chứa mắt xích monome chưa no etylen là polyme chứa mắt xích được dẫn xuất từ ít nhất một chất được lựa chọn từ nhóm gồm có monome este vinyl, monome este axit (met)acrylic, monome styren, và monome dien, và hàm lượng mắt xích là bằng hoặc lớn hơn 70% khối lượng của tổng mắt xích monome của polyme.

4. Nhũ tương nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 3 còn chứa hợp chất isoxyanat đa chức.

5. Chất kết dính chứa nhũ tương nước theo điểm 4.

6. Phương pháp sản xuất nhũ tương nước theo điểm 1 gồm có bước polyme hóa nhũ tương của monome chưa no etylen sử dụng rượu polyvinyl làm chất phân tán, trong đó rượu polyvinyl được sử dụng với lượng 0,5 đến 40 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng monome chưa no etylen, và rượu polyvinyl có hệ số đối xứng ($W_{0,05h}/2f$) thỏa mãn biểu thức (2) sau đây được xác định bằng phép sắc ký lỏng tính năng cao gradien dùng tách pha đảo sử dụng dung môi rửa giải axeton-nước theo JIS K 0124 (2011):

$$0,70 \leq W_{0,05h}/2f \leq 1,10 \quad (2),$$

trong đó $W_{0,05h}$ thể hiện chiều rộng pic tại 5% chiều cao pic và f thể hiện khoảng cách từ điểm cạnh trước a tại 5% chiều cao pic đến giao điểm b cắt giữa đường nằm ngang đi qua điểm cạnh trước a và đường thẳng đứng đi qua đỉnh pic.

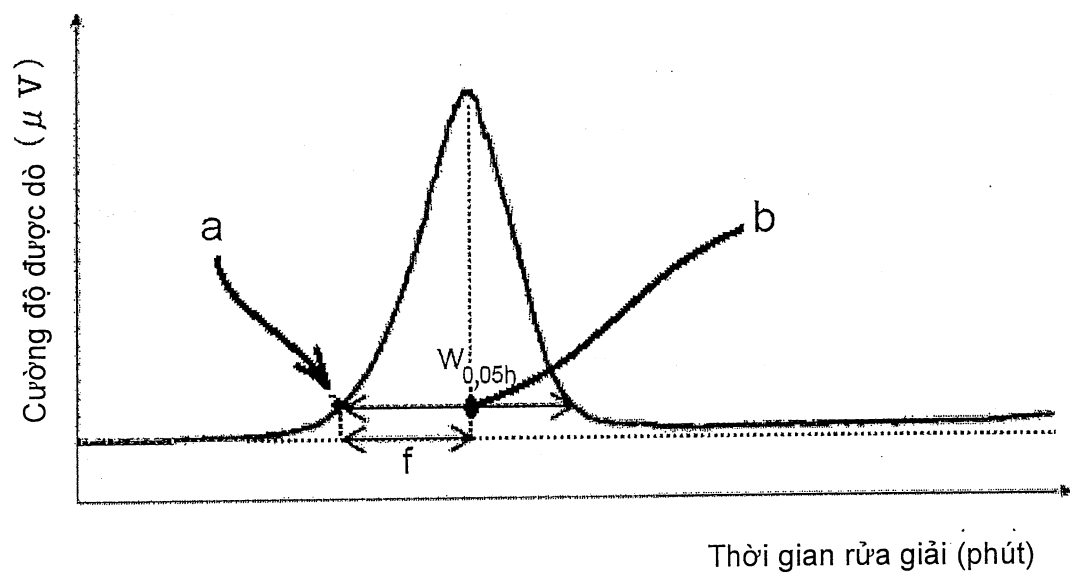


FIG.1