



(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)



1-0032887

(51)⁷ C08L 59/04; C08K 5/092; C08L 23/08

(13) B

(21) 1-2018-03063

(22) 04/11/2016

(86) PCT/JP2016/082824 04/11/2016

(87) WO/2017/104286 22/06/2017

(30) 2015-245483 16/12/2015 JP

(45) 25/08/2022 413

(43) 25/09/2018 366A

(73) Polyplastics Co., Ltd. (JP)

2-18-1, Konan, Minato-ku, Tokyo 108-8280, Japan

(72) MONMA, Tomohiro (JP).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CHẾ PHẨM NHỰA POLYAXETAL

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa polyaxetal toàn diện hơn. Theo sáng chế, axit polycarboxylic béo (e) có nhiều hơn hoặc bằng bốn cacbon và nhiều hơn hoặc bằng hai nhóm carboxyl và chất chống oxy hóa phenol bị che (f) được kết hợp vào copolyme polyaxetal thu được bằng cách copolyme hóa trioxan dưới dạng monome chính (a) với ete dạng vòng và/hoặc formal dạng vòng mỗi chất có ít nhất một liên kết cacbon-cacbon dưới dạng comonome (b) sử dụng axit heteropoly cụ thể làm chất xúc tác polyme hóa (c), bổ sung, vào sản phẩm phản ứng thu được, hợp chất (d) là hợp chất bất kỳ trong số cacbonat, hydro cacbonat, và carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ, hydrat của chúng, và hydroxit của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ, và nhào trộn nóng chảy hỗn hợp để bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c).

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm nhựa polyaxetal.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhựa polyaxetal (còn được gọi là nhựa polyoxymetylen, viết tắt là nhựa POM) có các tính chất cơ học được cân bằng tốt và có, ví dụ, đặc tính mài mòn và chịu mài mòn, tính bền hóa chất, tính chịu nhiệt, và các đặc tính về điện rất tốt, và do đó được sử dụng rộng rãi trong nhiều lĩnh vực gồm, ví dụ, xe gắn máy và các sản phẩm điện và điện tử.

Bất ngờ là, các đặc tính được yêu cầu trong các lĩnh vực này dần trở nên tinh vi hơn. Để đáp ứng các yêu cầu này, chế phẩm nhựa polyaxetal chứa nhựa polyaxetal và hợp chất chứa nhóm carboxyl có pKa lớn hơn hoặc bằng 3,6 đã được đề xuất (ví dụ, xem tài liệu patent 1).

Hợp chất chứa nhóm carboxyl không bị giới hạn cụ thể miễn là pKa lớn hơn hoặc bằng 3,6, và ví dụ về các hợp chất này bao gồm nhiều hợp chất khác nhau có nhóm carboxyl tự do, như, axit carboxylic béo, axit carboxylic béo dạng vòng, và axit carboxylic thơm. Axit polycarboxylic béo, béo dạng vòng, và thơm cũng có thể được sử dụng ở dạng có ít nhất một nhóm carboxyl, như trong monoeste của axit dicarboxylic (ví dụ, monoethyl maleat, monomethyl fumarat, và monoethyl fumarat), mono- hoặc dieste của axit tricarboxylic, và mono-, di-, hoặc trieste của axit tetracarboxylic. Axit carboxylic được ưu tiên là axit mono- hoặc dicarboxylic béo và axit monocarboxylic thơm.

Chế phẩm nhựa polyaxetal còn có thể bao gồm, ví dụ, chất chống oxy hóa, hợp chất kim loại kiềm hoặc kiềm thổ, và chất làm ổn định. Ví dụ ưu tiên của chất chống oxy hóa bao gồm chất chống oxy hóa phenol (cụ thể là, các phenol bị che).

Được đề xuất là ít nhất một chất được chọn từ polyalkylen glycol, este của axit

béo, amit của axit béo, muối kim loại của axit béo, v.v. có thể được sử dụng làm chất làm ổn định quá trình. Làm muối kim loại của axit béo, muối của axit béo có 10 hoặc nhiều hơn 10 cacbon và kim loại có thể được sử dụng. Tốt hơn là, kim loại này là kim loại từ hóa trị một đến hóa trị bốn (cụ thể là hóa trị một hoặc hóa trị hai). Thông thường, tốt hơn nếu muối kim loại kiềm thổ (như Mg hoặc Ca) được sử dụng. Ví dụ về muối kim loại của axit béo bao gồm magie stearat, canxi stearat, kẽm stearat, và canxi 12-hydroxystearat.

Chế phẩm nhựa polyaxetal được mô tả trong tài liệu patent 1 có tác dụng cải thiện tốt độ ổn định nhiệt của nhựa polyaxetal (cụ thể là, độ ổn định nóng chảy trong quá trình đúc). Chế phẩm này cũng có thể ức chế lượng formaldehyt tạo thành đến mức cực thấp và có tác dụng cải thiện rất tốt môi trường làm việc. Ngoài ra, chế phẩm này có thể ức chế sự tạo thành formaldehyt ngay cả ở các điều kiện khắc nghiệt và có thể ngăn không cho các sản phẩm phân hủy dính vào khuôn đúc (cặn khuôn), ngăn sự tách sản phẩm phân hủy từ sản phẩm đúc, và sự giảm chất lượng sản phẩm đúc do nhiệt để thể hiện tác dụng cải thiện chất lượng của sản phẩm đúc và khả năng tạo hình.

Ngoài ra, được biết rằng việc bổ sung muối kim loại của axit béo làm thành phần của chế phẩm nhựa polyaxetal góp phần cải thiện các tính chất vật lý của phần được hàn của sản phẩm đúc nhựa polyaxetal (ví dụ, xem tài liệu patent 2). Nguyên liệu axit béo của muối kim loại axit béo tốt hơn nếu là axit myristic, axit palmitic, hoặc axit stearic. Hợp chất kim loại làm nguyên liệu của muối kim loại axit béo tốt hơn nếu là hydroxit, oxit, hoặc clorua của canxi. Ví dụ ưu tiên của muối kim loại axit béo bao gồm canxi dimyristat, canxi dipalmitat, canxi distearat, canxi (myristat-palmitat), canxi (myristat-stearat), và canxi (palmitat-stearat). Cụ thể, muối kim loại axit béo tốt hơn nếu là canxi dipalmitat hoặc canxi distearat.

Trong quá trình sản xuất copolyme polyaxetal sử dụng trioxan làm monome chính (a) và ete dạng vòng và/hoặc formal dạng vòng có ít nhất một liên kết cacbon-cacbon làm comonome (b), cũng được đề xuất là thực hiện việc copolyme hóa bằng

cách sử dụng axit heteropoly được biểu diễn bởi công thức (1) làm chất xúc tác polyme hóa (c) và bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c) bằng cách bổ sung hợp chất (d) là cacbonat, hydro cacbonat, hoặc carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydrat của chúng vào sản phẩm phản ứng và nhào trộn nóng chảy hỗn hợp (xem tài liệu patent 3).



trong đó, M^1 là nguyên tố trung tâm gồm một hoặc hai nguyên tố được chọn từ P và Si; M^2 là một hoặc nhiều nguyên tố hợp tác được chọn từ W, Mo, và V; và x là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 1 và nhỏ hơn hoặc bằng 10, y là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 6 và nhỏ hơn hoặc bằng 40, z là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 10 và nhỏ hơn hoặc bằng 100, m là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 1, và n là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 0 và nhỏ hơn hoặc bằng 50.

Cũng được đề xuất là việc sử dụng hợp chất hydroxit hoặc alkoxit của kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ làm chất bất hoạt (d) chất xúc tác polyme hóa (c) (xem tài liệu patent 4).

Theo các sáng chế từ tài liệu patent 3 và 4, không chỉ chất xúc tác polyme hóa có thể được bất hoạt hiệu quả mà cả các phần cuối không ổn định cũng có thể được làm ổn định bằng cách sử dụng hợp chất hydroxit hoặc alkoxit của kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ làm chất bất hoạt chất xúc tác polyme hóa, và copolyme polyaxetal chất lượng cao có độ ổn định nhiệt rất tốt và tạo ra lượng rất nhỏ của formaldehyt có thể được sản xuất không tốn kém nhờ quy trình sản xuất đơn giản.

Ngoài ra, so với phương pháp bất hoạt ướt thông thường, việc bất hoạt khô có thể làm bất hoạt nhanh chóng và hoàn toàn chất xúc tác polyme hóa và sau đó làm ổn định các phần cuối không ổn định nhờ quy trình được hợp lý hóa trong đó quy trình bất hoạt này được đơn giản hóa và quy trình rửa được bỏ qua. Kết quả là, copolyme polyaxetal chất lượng cao ổn định nhiệt và có lượng phần cuối không ổn định và lượng formaldehyt thoát ra cực nhỏ có thể được tạo ra mà không tốn kém và không gây ra

các vấn đề, như sự phân hủy và thoái hóa, do chất xúc tác.

Tài liệu patent 1: Đơn sáng chế Nhật Bản số công bố 2000-239484

Tài liệu patent 2: Đơn sáng chế Nhật Bản số công bố H11-323076

Tài liệu patent 3: Đơn sáng chế Nhật Bản số công bố 2014-105278

Tài liệu patent 4: Đơn sáng chế Nhật Bản số công bố 2014-105279

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Trong những năm gần đây, copolyme polyaxetal chất lượng cao, cụ thể là có độ ổn định nhiệt tốt và tạo ra lượng formaldehyt rất nhỏ là cần thiết. Ngoài ra, được biết rằng thành phần cấu thành chế phẩm nhựa polyaxetal có thể ảnh hưởng đến hình thức bên ngoài của vật đúc.

Ngay cả ở chế phẩm nhựa polyaxetal theo tài liệu patent 1 đến 3, có lý do để cần phải cải thiện thêm khả năng ức chế lượng formaldehyt thoát ra và cải thiện hình thức bên ngoài của vật đúc.

Mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm nhựa polyaxetal toàn diện hơn ở chỗ lượng formaldehyt thoát ra là rất nhỏ và vật đúc có thể có hình thức bên ngoài đẹp hơn.

Tác giả sáng chế đã nghiên cứu sâu hơn để đạt được mục đích nêu trên và kết quả là, phát hiện ra rằng có thể đạt được mục đích bằng cách sử dụng axit heteropoly cụ thể làm chất xúc tác và bổ sung axit carboxylic cụ thể và chất chống oxy hóa cụ thể vào copolyme polyaxetal thu được bằng cách nhào trộn nóng chảy, ví dụ, cacbonat của kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ để bất hoạt chất xúc tác và xử lý các phần cuối không ổn định, và sáng chế được hoàn thành. Cụ thể hơn, sáng chế đề xuất các đối tượng sau.

(1) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất chế phẩm nhựa polyaxetal bằng cách bổ sung hợp chất (d) là cacbonat, hydro cacbonat, hoặc carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydrat của chúng hoặc hydroxit của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ vào sản phẩm phản ứng thu

được bằng cách copolyme hóa trioxan dưới dạng monome chính (a) và ete dạng vòng và/hoặc formal dạng vòng có ít nhất một liên kết cacbon-cacbon dưới dạng comonome (b) sử dụng axit heteropoly được biểu diễn bởi công thức (1) được thể hiện dưới đây làm chất xúc tác polyme hóa (c); nhào trộn nóng chảy hỗn hợp để làm bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c) và tạo ra copolyme polyaxetal; và bổ sung axit polycarboxylic béo (e) có nhiều hơn hoặc bằng bốn cacbon và nhiều hơn hoặc bằng hai nhóm carboxyl với lượng lớn hơn hoặc bằng 0,002 phần trọng lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 0,1 phần trọng lượng và chất chống oxy hóa phenol bị che (f) với lượng lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần trọng lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 0,5 phần trọng lượng vào 100 phần trọng lượng copolyme polyaxetal,



trong đó, M^1 là nguyên tố trung tâm gồm một hoặc hai nguyên tố được chọn từ P và Si; M^2 là một hoặc nhiều nguyên tố hợp tác được chọn từ W, Mo, và V; và x là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 1 và nhỏ hơn hoặc bằng 10, y là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 6 và nhỏ hơn hoặc bằng 40, z là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 10 và nhỏ hơn hoặc bằng 100, m là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 1, và n là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 0 và nhỏ hơn hoặc bằng 50.

(2) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm nhựa polyaxetal theo khía cạnh (1), trong đó axit polycarboxylic béo là một hoặc nhiều axit được chọn từ axit adipic, axit decandioic, và axit dodecandioic.

(3) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm nhựa polyaxetal theo khía cạnh (1), trong đó axit polycarboxylic béo là nhựa copolyme của axit etylen acrylic hoặc nhựa copolyme của axit etylen metacrylic.

Hiệu quả của sáng chế

Sáng chế có thể vừa đạt được sự ức chế lượng formaldehyt tạo thành ở mức thấp vừa cho được hình thức bên ngoài đẹp mắt của vật đúc. Do đó, sáng chế có thể tạo ra

chế phẩm nhựa polyaxetal có tính toàn diện cao hơn.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án cụ thể của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết sau đây, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các phương án này và có thể được thực hiện bằng cách thay đổi thích hợp trong phạm vi mục đích của sáng chế.

Phương pháp sản xuất copolyme polyaxetal

Theo sáng chế, copolyme polyaxetal thu được bằng copolyme hóa trioxan, là trime dạng vòng của formaldehyt, dưới dạng monome chính (a) và ete dạng vòng và/hoặc formal dạng vòng có ít nhất một liên kết cacbon-cacbon dưới dạng comonome (b) sử dụng axit heteropoly định trước làm chất xúc tác polyme hóa (c); và bổ sung muối định trước (d) vào sản phẩm phản ứng thu được và nhào trộn nóng chảy hỗn hợp để bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c). Theo sáng chế, axit polycarboxylic (e) có nhiều hơn hoặc bằng bốn cacbon và chứa nhiều hơn hoặc bằng hai nhóm carboxyl và chất chống oxy hóa phenol bị che (f) được bổ sung vào copolyme polyaxetal.

Comonome (b)

Làm comonome, hợp chất (b) được chọn từ ete dạng vòng và formal dạng vòng mà mỗi hợp chất có ít nhất một liên kết cacbon-cacbon được sử dụng. Ví dụ cụ thể của hợp chất (b) được sử dụng làm comonome bao gồm 1,3-dioxolan, dietylen glycol formal, 1,4-butandiol formal, 1,3-dioxan, etylen oxit, propylen oxit, và epiclohydrin. Cụ thể, xem xét độ ổn định của quá trình polyme hóa, ví dụ, 1,3-dioxolan, dietylen glycol formal, 1,4-butandiol formal, 1,3-dioxan, và etylen dioxit được ưu tiên. Ngoài ra, este dạng vòng như β -propiolacton và hợp chất vinyl như styren cũng có thể được sử dụng. Ngoài ra, làm comonome, ete dạng vòng hoặc formal dạng vòng đơn chức có nhóm phần tử thế, như butyl glycidyl ete và 2-ethylhexyl glycidyl ete, cũng có thể được sử dụng. Hơn nữa, làm comonome, hợp chất có hai nhóm ete dạng vòng hoặc formal dạng vòng có thể polyme hóa, như diglycidyl ete và diformal của alkylene glycol, ví dụ,

butandiol dimetyden glyxeryl ete, và butandiol diglyxidyl ete; và hợp chất có nhiều hơn hoặc bằng ba nhóm ete dạng vòng hoặc formal dạng vòng có thể polyme hóa, như glyxerin triglyxidyl ete, trimetylol propan triglyxidyl ete, và pentaerythritol tetraglyxidyl ete, cũng có thể được sử dụng. Do đó, copolyme polyaxetal có cấu trúc mạch nhánh hoặc cấu trúc liên kết ngang cũng được bao gồm trong sáng chế.

Theo sáng chế, lượng hợp chất (b) được sử dụng làm comonome được chọn từ ete dạng vòng và formal dạng vòng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20% mol, tốt hơn nữa là từ 0,2 đến 10% mol, dưới dạng tỷ lệ theo monome tổng (tổng lượng monome chính và comonome). Lượng quá nhỏ của comonome sẽ làm tăng phần cuối không ổn định của copolyme polyaxetal thô được tạo ra bởi việc polyme hóa dẫn đến làm giảm độ ổn định. Lượng quá lớn của comonome sẽ làm mềm copolyme sinh ra dẫn đến gây ra sự giảm bất lợi điểm nóng chảy.

Chất xúc tác polyme hóa (c)

Một trong số các đặc điểm của sáng chế là việc sử dụng axit heteropoly làm chất xúc tác polyme hóa (c) trong quá trình sản xuất copolyme polyaxetal như được mô tả ở trên.

Theo sáng chế, axit heteropoly được sử dụng làm chất xúc tác polyme hóa (c) là thuật ngữ chung chỉ polyoxometalat được tạo ra bởi việc tách nước và ngưng tụ các oxyaxit khác nhau và có nguyên tố khác loại cụ thể ở tâm và bao gồm ion phức đơn nhân hoặc hai nhân được tạo thành nhờ việc ngưng tụ nhóm axit đã ngưng tụ bằng cách chia sẻ nguyên tử oxy. Axit ngưng tụ nhân khác loại này có thể được biểu diễn bởi công thức (1) dưới đây:



Trong công thức (1), M^1 là nguyên tố trung tâm gồm một hoặc hai nguyên tố được chọn từ P và Si; M^2 là một hoặc nhiều nguyên tố hợp tác được chọn từ W, Mo, và V; và x là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 1 và nhỏ hơn hoặc bằng 10, y là số nguyên lớn

hơn hoặc bằng 6 và nhỏ hơn hoặc bằng 40, z là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 10 và nhỏ hơn hoặc bằng 100, m là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 1, và n là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 0 và nhỏ hơn hoặc bằng 50.

Ví dụ cụ thể về axit heteropoly bao gồm axit phosphomolipdic, axit phosphotungstic, axit phosphomolipdotungstic, axit phosphomolipdovanadic, axit phosphomolipdotungstovanadic, axit phosphotungstovanadic, axit silicotungstic, axit silicomolipdic, axit silicomolipdotungstic, và axit silicomolipdotungstovanadic. Cụ thể, xem xét độ ổn định của việc polyme hóa và độ ổn định của bản thân axit heteropoly, axit heteropoly tốt hơn là ít nhất một trong số axit silicomolipdic, axit silicotungstic, axit phosphomolipdic, và axit phosphotungstic.

Theo sáng chế, mặc dù lượng axit heteropoly nêu trên được sử dụng thay đổi phụ thuộc vào loại của nó và có thể được thay đổi thích hợp để kiểm soát phản ứng polyme hóa, lượng này thường nằm trong khoảng từ 0,05 đến 100 ppm (sau đây đề cập đến ppm trọng lượng/trọng lượng), tốt hơn là từ 0,1 đến 50 ppm, theo tổng lượng monome cần được polyme hóa. Ở axit heteropoly có tác dụng rất mạnh, như axit phosphomolipdic và axit phosphotungstic, lượng từ 0,1 đến 10 ppm là đủ. Thực tế là việc copolyme hóa có thể thực hiện với lượng nhỏ chất xúc tác là hiệu quả để giữ các phản ứng không mong muốn, như phân hủy và khử polyme hóa mạch chính của polyme, bằng chất xúc tác, đến mức thấp nhất và ức chế sự tạo ra nhóm cuối không ổn định, như nhóm cuối format ($-O-CH=O$) và nhóm cuối hemiacetal ($-O-CH_2-OH$) và còn có lợi về mặt kinh tế.

Để thực hiện đồng nhất phản ứng, chất xúc tác polyme hóa được pha loãng như mong muốn bằng dung môi trơ không ảnh hưởng bất lợi đến việc polyme hóa và sau đó được bổ sung vào monome chính và/hoặc comonome. Ví dụ ưu tiên của dung môi trơ bao gồm, nhưng không giới hạn ở, este thu được bằng việc ngưng tụ axit carboxylic phân tử lượng thấp có 1 đến 10 cacbon, như axit formic, axit axetic, axit propionic, và axit butyric, và rượu phân tử lượng thấp có 1 đến 10 cacbon, như

metanol, etanol, 1-propanol, 2-propanol, 1-butanol, 2-butanol, 2-metyl-1-propanol, 2-metyl-2-propanol, 1-pentanol, 3-metyl-1-butanol, và 1-hexanol; và keton phân tử lượng thấp có 1 đến 10 cacbon, như axeton, 2-butanon, 2-pentanon, 3-pentanon, 2-hexanon, 3-hexanon, metyl isobutyl keton, và metyl t-butyl keton. Xem xét, ví dụ, khả năng ứng dụng trong công nghiệp, ví dụ được ưu tiên nhất là metyl format, etyl format, metyl axetat, etyl axetat, butyl axetat, axeton, 2-butanon, và metyl isobutyl keton. Chất xúc tác polyme hóa được hòa tan trong dung môi trơ ở nồng độ, tốt hơn là, từ 1 đến 30% trọng lượng/trọng lượng, nhưng không giới hạn ở đó. Ngoài ra, cũng được ưu tiên khi trộn trước lượng chất xúc tác polyme hóa định trước với một phần hoặc toàn bộ lượng của một hoặc nhiều monome chính, comonome, chất biến đổi phân tử lượng nêu trên, v.v. và bổ sung dung dịch thu được vào hệ polyme hóa để thực hiện phản ứng polyme hóa.

Điều chế copolyme

Theo sáng chế, việc điều chế copolyme polyaxetal thô bằng phản ứng polyme hóa có thể được thực hiện bằng cùng một phương pháp và thiết bị như đối với việc copolyme hóa trioxan đã biết thông thường. Tức là, tất cả trong số kiểu theo mẻ, kiểu liên tục, và kiểu bán liên tục đều có thể được sử dụng, và phương pháp sử dụng monome lỏng và tạo ra polyme khối bột rắn với sự tiến triển của việc polyme hóa thường được sử dụng. Với thiết bị polyme hóa được sử dụng trong sáng chế, dưới dạng kiểu theo mẻ, thùng phản ứng cụ thể được trang bị máy khuấy có thể được sử dụng. Với kiểu liên tục, máy nhào trộn đồng thời, máy nhào trộn ép đùn liên tục hai trục vít, máy nhào trộn liên tục cánh hai trục vít, và thiết bị polyme hóa liên tục cho trioxan, v.v. đã được đề xuất cho đến nay có thể được sử dụng. Ngoài ra, việc kết hợp hai hoặc nhiều hơn hai thiết bị polyme hóa có thể được sử dụng.

Mặc dù phương pháp polyme hóa không bị giới hạn cụ thể, như được đề xuất ở trên, lượng chất xúc tác yêu cầu có thể được giảm bằng cách trộn trước thích hợp trioxan, comonome, và axit heteropoly dưới dạng chất xúc tác polyme hóa đồng thời

duy trì trạng thái pha lỏng và cấp dung dịch hỗn hợp nguyên liệu của phản ứng thu được vào thiết bị polyme hóa để thực hiện copolyme hóa. Kết quả là, có lợi đối với việc tạo ra copolyme polyaxetal với lượng formaldehyt thoát ra ít hơn và là phương pháp polyme hóa được ưu tiên hơn. Nhiệt độ polyme hóa nằm trong khoảng từ 60°C đến 120°C.

Theo sáng chế, trong việc điều chế copolyme polyaxetal bằng polyme hóa monome chính (a) và comonome (b), chất chuyển mạch đã biết, ví dụ, axetal mạch thẳng phân tử lượng thấp, như metylal, có thể được bổ sung để điều chỉnh mức độ polyme hóa.

Việc polyme hóa được thực hiện theo mong muốn ở trạng thái về cơ bản không chứa các tạp chất có hydro hoạt tính, như nước, metanol, và axit formic, ví dụ, ở trạng thái trong đó lượng của mỗi trong số các tạp chất này là nhỏ hơn hoặc bằng 10ppm. Do đó, được mong muốn là sử dụng trioxan, ete dạng vòng và/hoặc formal dạng vòng thu được để chứa các tạp chất này càng ít càng tốt, dưới dạng monome chính và comonome.

[Hợp chất (d) là cacbonat, hydro cacbonat, hoặc carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydrat của chúng hoặc hydroxit của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ]

Theo sáng chế, hợp chất (d) là cacbonat, hydro cacbonat, hoặc carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydrat của chúng hoặc hydroxit của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ được bổ sung vào copolyme polyaxetal (copolyme polyaxetal thô) thu được bằng cách copolyme hóa như được mô tả ở trên và chứa chất xúc tác polyme hóa và có phần cuối không ổn định, và hỗn hợp được nhào trộn nóng chảy để bất hoạt chất xúc tác polyme hóa và làm giảm nhóm cuối không ổn định có trong copolyme polyaxetal (copolyme thô) để làm ổn định. Sau đây, "cacbonat, hydro cacbonat, hoặc carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydrat của chúng hoặc hydroxit của

nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ" cũng được đề cập đến thành phần (d). Việc làm ổn định này có thể được thực hiện đơn giản và hiệu quả hơn bằng cách bổ sung trực tiếp thành phần (d) mà không cần đưa copolyme polyaxetal thô thu được bằng copolyme hóa qua các quy trình như rửa.

Cacbonat, hydro cacbonat, hoặc carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydrat của chúng

Khi thành phần (d) là cacbonat, hydro cacbonat, hoặc carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydrat của chúng, thành phần (d) tốt hơn là cacbonat, hydro cacbonat, carboxylat béo, carboxylat béo không no, hoặc carboxylat thơm của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydrat của chúng. Ví dụ cụ thể về thành phần (d) bao gồm, nhưng không giới hạn ở, lithi cacbonat, natri cacbonat khan, natri cacbonat monohydrat, natri cacbonat decahydrat, kali cacbonat, rubidi cacbonat, xesi cacbonat, magie cacbonat, canxi cacbonat, bari cacbonat, lithi hydro cacbonat, natri hydro cacbonat, kali hydro cacbonat, xesi hydro cacbonat, lithi format monohydrat, natri format, kali format, rubidi format, xesi format, magie format, canxi format, bari format, lithi axetat, natri axetat, natri axetat trihydrat, kali axetat, rubidi axetat, xesi axetat, magie axetat, canxi axetat monohydrat, magie axetat tetrahydrat, bari axetat, natri laurat, kali laurat, lithi stearat, natri stearat, kali stearat, magie stearat, canxi stearat, natri gluconat, kali gluconat, lithi lactat, natri lactat, kali lactat, lithi oxalat, natri oxalat, kali oxalat monohydrat, lithi suxinat, mononatri suxinat, dinatri suxinat, dinatri suxinat hexahydrat, dikali suxinat, dinatri adipat, dikali adipat, natri gluconat, kali gluconat, lithi lactat, natri lactat, kali lactat, dinatri malat 1/2 hydrat, dinatri malat trihydrat, dilithi tartrat monohydrat, dinatri tartrat dihydrat, kali hydro tartrat, dikali tartrat, kali natri tartrat tetrahydrat, natri rubidi tartrat, lithi xitrat tetrahydrat, mononatri xitrat, dinatri xitrat, trinatri xitrat, trinatri xitrat dihydrat, natri aspartat monohydrat, dinatri glutamat monohydrat, natri acrylat, kali acrylat, natri sorbat, kali sorbat, mononatri

fumarat, lithi benzoat, natri benzoat, kali benzoat, xesi benzoat, kali hydro phtalat, lithi salixylat monohydrat, natri salixylat, và kali salixylat.

Xem xét, ví dụ, khả năng ứng dụng trong công nghiệp, thành phần (d) tốt hơn là lithi cacbonat, khan natri cacbonat, natri cacbonat monohydrat, natri cacbonat decahydrat, kali cacbonat, magie cacbonat, canxi cacbonat, bari cacbonat, lithi hydro cacbonat, natri hydro cacbonat, kali hydro cacbonat, lithi format monohydrat, natri format, kali format, magie format, canxi format, bari format, lithi axetat, natri axetat, natri axetat trihydrat, kali axetat, canxi axetat monohydrat, magie axetat tetrahydrat, bari axetat, natri laurat, kali laurat, lithi stearat, natri stearat, kali stearat, magie stearat, canxi stearat, mononatri suxinat, dinatri suxinat, dinatri suxinat hexahydrat, dikali suxinat, lithi xitrat tetrahydrat, mononatri xitrat, trinatri xitrat, trinatri xitrat dihydrat, natri aspartat monohydrat, dinatri glutamat, natri acrylat, kali acrylat natri sorbat, kali sorbat, mononatri fumarat, lithi benzoat, natri benzoat, kali benzoat, kali hydro phtalat, lithi salixylat monohydrat, natri salixylat, và kali salixylat.

Ngoài ra, xem xét màu của copolyme polyaxetal sau khi bắt hoạt chất xúc tác polyme hóa (c), thành phần (d) tốt hơn nữa là, ví dụ, natri format, natri axetat, natri cacbonat khan, natri cacbonat monohydrat, natri cacbonat decahydrat, natri hydro cacbonat, dinatri suxinat hexahydrat, natri laurat, và natri stearat.

Khi thành phần (d) là cacbonat, hydro cacbonat, hoặc carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydrat của chúng, thành phần (d) có thể là hợp chất đơn, có thể được sử dụng dưới dạng kết hợp của hai hoặc nhiều hơn hai hợp chất, hoặc có thể ở trạng thái là, ví dụ, hỗn hợp hoặc muối kép của chúng. Ví dụ về muối kép bao gồm natri sesquicacbonat gồm natri cacbonat và natri hydro cacbonat.

Khi thành phần (d) là cacbonat, hydro cacbonat, hoặc carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydrat của chúng, mặc dù hàm lượng của thành phần (d) không bị giới hạn cụ thể, được ưu tiên khi thay đổi thích hợp

hàm lượng này tùy vào (i) lượng chất xúc tác còn lại trong polyme, (ii) kiểu và lượng của nhóm cuối không ổn định tạo ra bởi nhiều điều kiện khác nhau của quá trình polyme hóa, và (iii) mức hoạt tính của thành phần (d) và các điều kiện xử lý (ví dụ, nhiệt độ, thời gian, và tỷ lệ tiếp xúc). Cụ thể, hàm lượng của thành phần (d) tốt hơn là rất nhỏ và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,002 đến 1,0 mili đương lượng, tốt hơn nữa là từ 0,006 đến 0,34 mili đương lượng, tốt hơn nữa là từ 0,009 đến 0,17 mili đương lượng, và còn tốt hơn là từ 0,009 đến 0,10 mili đương lượng với mỗi 1kg copolyme polyaxetal thô được tạo ra bởi việc copolyme hóa. Giá trị b của copolyme polyaxetal sau khi bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c) có thể giảm xuống nhỏ hơn hoặc bằng 2,0 bằng cách điều chỉnh hàm lượng của thành phần (d) đến nhỏ hơn hoặc bằng 1,0 mili đương lượng với mỗi 1kg copolyme polyaxetal thô. Ngoài ra, giá trị b của viên copolyme polyaxetal sau khi bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c) có thể giảm đến nhỏ hơn hoặc bằng 0,4 bằng cách điều chỉnh hàm lượng của thành phần (d) đến 0,34 mili đương lượng với mỗi 1kg copolyme polyaxetal thô.

Lượng thành phần (d) quá lớn là không thích hợp vì nguy cơ làm giảm màu của copolyme polyaxetal sau khi bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c), và lượng thành phần (d) quá nhỏ cũng không thích hợp vì nguy cơ không nhận đủ hiệu quả bất hoạt hoặc làm ổn định phần cuối không ổn định.

Hydroxit của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ

Khi thành phần (d) là hydroxit của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ, thành phần (d) tốt nhất là, ví dụ, lithi hydroxit, natri hydroxit, kali hydroxit, magie hydroxit, canxi hydroxit, hoặc bari hydroxit, nhưng không bị giới hạn ở đó.

Cụ thể, xem xét màu của copolyme polyaxetal sau khi bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c), thành phần (d) tốt hơn là hydroxit của kim loại kiềm và tốt hơn nữa là lithi hydroxit hoặc natri hydroxit.

Khi thành phần (d) là hydroxit của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim

loại kiềm thổ, muối (d) được biểu diễn bởi công thức (2) có thể được sử dụng một mình, sử dụng ở dạng kết hợp hai hoặc nhiều hơn hai thành phần, hoặc dưới dạng hỗn hợp của chúng.

Khi thành phần (d) là hydroxit của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ, mặc dù hàm lượng của thành phần (d) không bị giới hạn cụ thể, ưu tiên việc thay đổi thích hợp hàm lượng này tùy vào (i) lượng chất xúc tác còn lại trong polyme, (ii) kiểu và lượng của nhóm cuối không ổn định tạo ra bởi nhiều điều kiện khác nhau của việc polyme hóa, và (iii) mức hoạt tính của thành phần (d) và các điều kiện xử lý (ví dụ, nhiệt độ, thời gian, và tỷ lệ tiếp xúc). Cụ thể, hàm lượng của thành phần (d) tốt hơn là rất nhỏ và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 0,25 mili đương lượng, tốt hơn nữa là từ 0,002 đến 0,10 mili đương lượng, và còn tốt hơn là từ 0,002 đến 0,025 mili đương lượng với mỗi 1kg copolyme polyaxetal thô được tạo ra bởi việc copolyme hóa. Giới hạn dưới của hàm lượng của thành phần (d) tác động đến giá trị chỉ số nóng chảy (MI), và giá trị MI có thể được giảm đến nhỏ hơn hoặc bằng 10 bằng cách điều chỉnh hàm lượng của thành phần (d) đến lớn hơn hoặc bằng 0,001 mili đương lượng với mỗi 1kg copolyme polyaxetal thô, và giá trị MI có thể được giảm đến nhỏ hơn hoặc bằng 10 bằng cách điều chỉnh hàm lượng này đến lớn hơn hoặc bằng 0,002 mili đương lượng. Giới hạn trên của hàm lượng của thành phần (d) tác động đến màu (giá trị b) của viên, và giá trị b của copolyme polyaxetal sau khi bắt hoạt chất xúc tác polyme hóa (c) có thể được giảm đến nhỏ hơn hoặc bằng 2,0 bằng cách điều chỉnh hàm lượng của thành phần (d) đến nhỏ hơn hoặc bằng 0,25 mili đương lượng với mỗi 1kg của copolyme polyaxetal thô. Ngoài ra, giá trị b của copolyme polyaxetal sau khi bắt hoạt chất xúc tác polyme hóa (c) có thể được giảm đến nhỏ hơn hoặc bằng 1,0 bằng cách điều chỉnh hàm lượng của thành phần (d) đến nhỏ hơn hoặc bằng 0,10 mili đương lượng với mỗi 1kg copolyme polyaxetal thô. Ngoài ra, giá trị b của copolyme polyaxetal sau khi bắt hoạt chất xúc tác polyme hóa (c) có thể được giảm đến nhỏ hơn hoặc bằng 0,0 bằng cách điều chỉnh hàm lượng của thành phần (d) đến nhỏ hơn hoặc bằng 0,10 mili đương lượng với mỗi 1kg copolyme polyaxetal thô.

Lượng thành phần (d) quá lớn là không thích hợp vì nguy cơ làm giảm màu của copolyme polyaxetal sau khi bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c), và lượng thành phần (d) quá nhỏ cũng không thích hợp vì nguy cơ không nhận được đủ hiệu quả bất hoạt hoặc làm ổn định phần cuối không ổn định.

Bất hoạt chất xúc tác

Theo sáng chế, để tăng cường màu của copolyme polyaxetal sau khi bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c), hàm lượng của thành phần (d) tốt hơn là rất nhỏ, nhưng cực khó để phân tán đồng nhất lượng thành phần (d) rất nhỏ này qua copolyme. Do đó, việc bổ sung thành phần (d) tốt hơn là được thực hiện bằng bất kỳ trong số (i) đến (iii) dưới đây:

- (i) Dung dịch của thành phần (d) được bổ sung trực tiếp vào copolyme polyaxetal thô thu được từ phản ứng copolyme hóa;
- (ii) Dung dịch của thành phần (d) được nhúng trong bột copolyme polyaxetal và được phân tán đồng nhất trong đó, và sau đó, bột sau khi phân tán được bổ sung vào copolyme polyaxetal thô; và
- (iii) Thành phần (d) ở trạng thái rắn được phân tán đồng nhất trực tiếp trong bột copolyme polyaxetal, và sau đó bột sau khi phân tán được bổ sung vào copolyme polyaxetal thô.

Khi thành phần (d) được nhúng trong bột copolyme polyaxetal, có thể thực hiện việc trộn bằng máy trộn chuẩn gồm, ví dụ, kiểu trục ngang, kiểu V, kiểu đai truyền, kiểu khuấy, hoặc kiểu dòng tốc độ cao. Hỗn hợp có thể được đưa trực tiếp qua bước xử lý nóng chảy hoặc có thể được xử lý nóng chảy sau khi chưng cất dung môi bằng, ví dụ, gia nhiệt hoặc giảm áp. Ngoài ra, dung dịch của chất bất hoạt và làm ổn định có thể được cấp từ cổng nạp của máy ép đùn và/hoặc phân giữa bằng cách phun hoặc tương tự. Vào thời điểm này, dung dịch chất bất hoạt và làm ổn định có thể được cấp theo cách chia nhỏ ở nhiều giai đoạn.

Lượng thành phần (d) rất nhỏ có thể được phân tán đồng nhất qua copolyme bằng cách bổ sung thành phần (d) như được mô tả ở trên. Kết quả là, giá trị b của copolyme polyaxetal sau khi bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c) được đo bằng máy đo độ chênh lệch màu có thể được giảm đến nhỏ hơn hoặc bằng 2,0. Giá trị b trong bản mô tả này là giá trị được thể hiện trên máy đo độ chênh lệch màu SE-2000 (Nippon Denshoku Industries Co., Ltd. NIPPON DENSHOKU INDUSTRIES CO., LTD. sản xuất) khi lượng định trước của viên được đặt vào trong ô (ô tròn) để đo, được đặt lên bàn mẫu và đập lại, được đo.

Theo sáng chế, trong việc bất hoạt chất xúc tác sau khi polyme hóa, lượng monome không phản ứng thấp được ưu tiên. Lượng monome không phản ứng (tổng lượng monome chính và comonome không phản ứng) tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 10% trọng lượng, còn tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5% trọng lượng, và đặc biệt tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 3% trọng lượng copolyme thô. Do đó, copolyme polyaxetal thô tạo ra bởi phản ứng polyme hóa có thể được xử lý mà không cần rửa, là khía cạnh đặc biệt có lợi của sáng chế. Lượng monome không phản ứng thường có thể được giảm bằng cách tăng tỷ lệ polyme hóa đến lớn hơn hoặc bằng mức nhất định, mà dễ dàng nhận được bởi sáng chế bằng cách kiểm soát thích hợp lượng chất xúc tác và thời gian polyme hóa (thời gian lưu trong kiểu liên tục) và có thể đạt được trong khoảng thời gian tương đối ngắn do sử dụng chất xúc tác axit heteropoly có hoạt tính cao ngay cả ở lượng nhỏ. Ngoài ra, một phần của các monome còn lại sau khi copolyme hóa có thể được loại bỏ bằng cách làm bay hơi hoặc làm bay hơi đến lượng monome còn lại định trước. Ngoài ra, trioxan và comonome không phản ứng được gom lại dưới dạng khí có thể được hóa lỏng trong hoặc sau quá trình copolyme hóa. Trong trường hợp này, trioxan và comonome không phản ứng có thể được tái sử dụng trực tiếp dưới dạng một phần của monome nguyên liệu, dẫn đến quy trình có tính kinh tế hơn.

Ngoài ra, theo nhu cầu, chất xúc tác-chất bất hoạt hoặc chất phân hủy đã biết thông thường đối với phần cuối không ổn định có thể được sử dụng cùng thành phần

(d).

Theo sáng chế, thành phần (d) có chức năng như là chất bất hoạt và làm ổn định có thể được bổ sung trước hoặc sau khi làm nóng chảy copolyme polyaxetal thô hoặc cả trước và sau khi làm nóng chảy. Thành phần (d) có thể được bổ sung theo cách chia nhỏ ở nhiều giai đoạn.

Khi thành phần (d) được bổ sung làm chất bất hoạt và làm ổn định, copolyme thô tốt hơn là các hạt mịn. Do đó, thiết bị phản ứng tốt hơn là có chức năng nghiền thích hợp khối sản phẩm polyme hóa. Tuy nhiên, sản phẩm phản ứng sau khi polyme hóa có thể được nghiền riêng bằng máy nghiền. Cỡ hạt của copolyme thô trong việc bất hoạt nhỏ hơn hoặc bằng 10mm, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 4mm, và còn tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 2mm trong ít nhất lớn hơn hoặc bằng 90% trọng lượng copolyme thô.

Axit polycarboxylic béo (e) có nhiều hơn hoặc bằng bốn cacbon và nhiều hơn hoặc bằng hai nhóm carboxyl

Theo sáng chế, axit polycarboxylic béo (e) có nhiều hơn hoặc bằng bốn cacbon và nhiều hơn hoặc bằng hai nhóm carboxyl và chất chống oxy hóa phenol bị che (f) được bổ sung vào copolyme polyaxetal thu được nhờ quy trình nêu trên.

Được đề xuất là có thể cải thiện đáng kể độ ổn định xử lý của nhựa polyaxetal và ức chế đáng kể sự sinh ra formaldehyt bằng cách bổ sung hợp chất chứa nhóm carboxyl có pKa lớn hơn hoặc bằng 3,6. Tuy nhiên, hợp chất chứa nhóm carboxyl không bị giới hạn cụ thể miễn là pKa lớn hơn hoặc bằng 3,6, và, ví dụ, chưa được biết là hợp chất chứa nhóm carboxyl cụ thể góp phần cải thiện hình thức bên ngoài của vật đúc và ngăn sự mất màu của chế phẩm nhựa polyaxetal có mặt trong máy đúc.

Sáng chế khác biệt ở chỗ trong số các hợp chất chứa nhóm carboxyl, axit polycarboxylic béo có ít nhất hai nhóm carboxyl và có ít nhất bốn cacbon được sử dụng.

Axit monocarboxylic có điểm sôi thấp, so với axit carboxylic có nhiều hơn hoặc bằng hai nhóm carboxyl, và có độ tương thích kém với polyaxetal. Ngay cả khi chế phẩm nhựa polyaxetal chứa axit carboxylic, khi axit carboxylic là axit monocarboxylic, lượng formaldehyt tạo thành không thể được ức chế đến mức thấp như trong sáng chế, do sự khác biệt điểm sôi và độ tương thích với polyaxetal, ngay cả khi lượng axit monocarboxylic được tăng sao cho lượng nhóm carboxyl có trong axit monocarboxylic được tăng đến giá trị nằm trong khoảng lượng ưu tiên của nhóm carboxyl có trong diacid carboxylic. Ngoài ra, hình thức bên ngoài của vật đúc là kém so với sáng chế. Do đó, axit monocarboxylic không được ưu tiên là axit carboxylic.

Ngay cả khi axit carboxylic có trong chế phẩm nhựa polyaxetal có nhiều hơn hoặc bằng hai nhóm carboxyl, khi axit carboxylic là axit etandioic (axit oxalic, axit dicarboxylic béo no có hai cacbon), axit propandioic (axit malonic, axit dicarboxylic béo no có ba cacbon), hoặc tương tự, không may là, bản thân axit carboxylic có độ ổn định nhiệt thấp và độ bền axit rất cao và do đó có thể tăng tốc sự phân hủy polyaxetal.

Axit polycarboxylic béo (e) có thể là axit polycarboxylic bất kỳ có ít nhất hai nhóm carboxylic và ít nhất bốn cacbon.

Trong bản mô tả, thuật ngữ "béo" chỉ các tính chất không vòng hoặc không thơm dạng vòng và là khái niệm có thể bao gồm hợp chất mạch thẳng, mạch nhánh, và béo dạng vòng (vòng không thơm).

Nếu hợp chất axit polycarboxylic là hợp chất béo, lượng formaldehyt tạo thành có thể được ức chế tiếp đến mức thấp hơn, so với trường hợp hợp chất thơm, và hình thức bên ngoài của vật đúc và khả năng ngăn sự mất màu của chế phẩm nhựa polyaxetal do sự lưu lại bên trong máy đúc cũng rất tốt.

Axit polycarboxylic có thể là axit carboxylic bất kỳ có ít nhất hai nhóm carboxylic và có thể là axit diacid, axit tricarboxylic, hoặc axit tetracarboxylic. Axit carboxylic có thể là monoeste của axit tricarboxylic, monoeste của axit tetracarboxylic, hoặc dieste của axit tetracarboxylic.

Axit carboxylic có thể là axit carboxylic no hoặc có thể là axit carboxylic không no.

Ví dụ cụ thể về axit dicarboxylic béo no có nhiều hơn hoặc bằng bốn cacbon bao gồm, axit butandioic (axit succinic, axit dicarboxylic béo no có bốn cacbon), axit pentandioic (axit glutaric, axit dicarboxylic béo no có năm cacbon), axit hexandioic (axit adipic, axit dicarboxylic béo no có sáu cacbon), axit heptandioic (axit pimelic, axit dicarboxylic béo no có bảy cacbon), axit octandioic (axit suberic, axit cork, axit dicarboxylic béo no có tám cacbon), axit nonandioic (axit azelaic, axit dicarboxylic béo no có chín cacbon), axit decandioic (axit sebacic, axit dicarboxylic béo no có mười cacbon), axit undecandioic (axit dicarboxylic béo no có 11 cacbon), và axit dodecandioic (axit dicarboxylic béo no có 12 cacbon).

Ví dụ cụ thể về axit dicarboxylic béo không no có nhiều hơn hoặc bằng bốn cacbon bao gồm axit butendioic (axit fumaric, axit dicarboxylic béo không no có bốn cacbon), axit pentendioic (axit glutaconic, axit dicarboxylic béo không no có năm cacbon), axit hexendioic (axit dihydromuconic, axit dicarboxylic béo không no có sáu cacbon), axit octendioic (axit dicarboxylic béo không no có tám cacbon), axit decendioic (axit dicarboxylic béo không no có mười cacbon), axit undecendioic (axit dicarboxylic béo không no có 11 cacbon), và axit dodecendionic (axit dicarboxylic béo không no có 12 cacbon).

Ví dụ cụ thể về béo axit tricarboxylic có nhiều hơn hoặc bằng bốn cacbon bao gồm 2-hydroxypropan-1,2,3-axit tricarboxylic (axit xitric). Ví dụ cụ thể về axit tetracarboxylic béo có nhiều hơn hoặc bằng bốn cacbon bao gồm axit etylen tetracarboxylic.

Làm axit polycarboxylic béo có ít nhất bốn cacbon và ít nhất hai nhóm carboxyl, các chất có nhóm carboxylic làm nhóm treo được đưa vào mạch polyme cũng được bao gồm. Ví dụ cụ thể về các chất này bao gồm nhựa copolyme axit etylen acrylic và nhựa copolyme axit etylen metacrylic.

Theo sáng chế, lượng thành phần (e) là lớn hơn hoặc bằng 0,002 phần trọng lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 0,1 phần trọng lượng tính theo 100 phần trọng lượng chế phẩm nhựa polyaxetal. Lượng thành phần (e) tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,005 phần trọng lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 0,02 phần trọng lượng. Lượng thành phần (e) nhỏ sẽ không thể đem lại độ ổn định chịu nhiệt đủ cho chế phẩm nhựa polyaxetal và có thể gây ra các yếu tố như tạo thành formaldehyt do sự phân hủy nhựa trong quá trình xử lý. Ngược lại, nếu lượng thành phần (e) quá lớn, tính kháng dầu (tính kháng mỡ) của chế phẩm nhựa là không đủ, và sự ăn mòn vật đúc nhựa có thể tiến triển do tiếp xúc giữa vật đúc nhựa với dầu mỡ của máy móc, v.v.

Chất chống oxy hóa phenol bị che (f)

Sáng chế có thể sử dụng chất chống oxy hóa phenol bị che (f) bất kỳ, và ví dụ về chất này, nhưng không bị giới hạn ở đó, bao gồm hợp chất phenol bị che dạng vòng đơn (ví dụ, 2,6-di-t-butyl-p-cresol), hợp chất phenol bị che dạng đa vòng liên kết với nhóm hydrocacbon hoặc nhóm chứa nguyên tử lưu huỳnh (ví dụ, 2,2'-metylenbis(4-metyl-6-t-butylphenol), 4,4'-metylenbis(2,6-di-t-butylphenol), 1,1,3-tris(2-metyl-4-hydroxy-5-t-butylphenyl)butan, 4,4'-butylidenbis(3-metyl-6-t-butylphenol), 1,3,5-trimetyl-2,4,6-tris(3,5-di-t-butyl-4-hydroxybenzyl)benzen, 4,4'-thiobis(3-metyl-6-t-butylphenol)), hợp chất phenol bị che có nhóm este hoặc nhóm amit (ví dụ, n-octadecyl-3-(4'-hydroxy-3',5'-di-t-butylphenyl)propionat, n-octadecyl-2-(4'-hydroxy-3',5'-di-t-butylphenyl)propionat, 1,6-hexandiol-bis[3-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat], trietylen glycol-bis[3-(3-t-butyl-5-metyl-4-hydroxyphenyl)propionat], pentaerythritol tetrakis[3-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat], 3,9-bis{2-[3-(3-t-butyl-4-hydroxy-5-metylphenyl)propionyloxy]-1,1-dimetyletyl}-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5.5]undecan, 2-t-butyl-6-(3'-t-butyl-5'-metyl-2'-hydroxybenzyl)-4-metylphenyl acrylat, 2-[1-(2-hydroxy-3,5-di-t-pentylphenyl)etyl]-4,6-di-t-pentylphenyl acrylat, di-n-octadecyl-3,5-di-t-butyl-4-hydroxybenzyl phosphonat, N,N'-hexametylenbis(3,5-di-t-butyl-4-

hydroxy-dihydrocinnamamit,	N,N'-etylenbis[3-(3,5-di-t-butyl-4-
hydroxyphenyl)propionamit],	N,N'-tetrametylenbis[3-(3,5-di-t-butyl-4-
hydroxyphenyl)propionamit],	N,N'-hexametylenbis[3-(3,5-di-t-butyl-4-
hydroxyphenyl)propionamit],	N,N'-etylenbis[3-(3-t-butyl-5-metyl-4-
hydroxyphenyl)propionamit],	N,N'-hexametylenbis[3-(3-t-butyl-5-metyl-4-
hydroxyphenyl)propionamit],	N,N'-bis[3-(3,5-di-t-butyl-4-
hydroxyphenyl)propionyl]hydrazin,	N,N'-bis[3-(3-t-butyl-5-metyl-4-
hydroxyphenyl)propionyl]hydrazin,	1,3,5-tris(3,5-di-t-butyl-4-
hydroxybenzyl)isoxyanurat,	và 1,3,5-tris(4-t-butyl-3-hydroxy-2,6-
dimethylbenzyl)isoxyanurat.	

Theo sáng chế, một hoặc nhiều chất được chọn từ các chất chống oxy hóa này có thể được sử dụng.

Hàm lượng của chất chống oxy hóa phenol bị che (f) trong sáng chế là lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần trọng lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 0,5 phần trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,02 phần trọng lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 0,4 phần trọng lượng tính theo 100 phần trọng lượng copolyme polyaxetal. Nếu lượng của chất chống oxy hóa phenol bị che (f) nhỏ, bất lợi là, tính chất chống oxy hóa sẽ không đủ, và độ ổn định của chế phẩm nhựa polyaxetal chống lại sự phân hủy do oxy hóa trong thời gian ngắn ở nhiệt độ cao như trong quá trình đúc hoặc sự phân hủy oxy hóa trong thời gian dài ở nhiệt độ thường là không đủ. Ngược lại, nếu lượng chất chống oxy hóa phenol bị che (f) là quá mức, nó không chỉ không có tính kinh tế, mà còn có thể gây ra trường hợp làm giảm các đặc tính cơ học của chế phẩm nhựa thu được.

Các thành phần khác

Chế phẩm nhựa polyaxetal có thể còn chứa các thành phần khác khi cần. Một hoặc nhiều chất làm ổn định đã biết đối với chế phẩm nhựa polyaxetal có thể được bổ sung trong khoảng không làm ảnh hưởng đến mục đích và hiệu quả của sáng chế. Ngoài ra, trong khoảng không làm ảnh hưởng đến mục đích và hiệu quả của sáng chế,

một hoặc nhiều chất phụ gia thông thường đối với nhựa dẻo nhiệt, ví dụ, chất tạo màu, như thuốc nhuộm và chất màu, chất gây trơn, chất giải phóng, chất khử tĩnh điện, chất hoạt động bề mặt, chất polyme hữu cơ, và chất độn vô cơ hoặc hữu cơ dạng sợi, dạng bột hoặc dạng giống đĩa, có thể được bổ sung khi cần.

Nhào trộn nóng chảy

Mặc dù thiết bị nhào trộn nóng chảy bất kỳ có thể được sử dụng, thiết bị có chức năng nhào trộn copolyme nóng chảy và tốt hơn là có chức năng thông hơi có thể được sử dụng. Ví dụ về thiết bị này bao gồm máy ép đùn nhào trộn liên tục một trục vít hoặc nhiều trục vít và máy nhào trộn đồng thời mỗi loại có ít nhất một lỗ thông hơi. Trong bước nhào trộn nóng chảy này, sáng chế bất hoạt hoàn toàn chất xúc tác polyme hóa và làm giảm phần cuối không ổn định để làm ổn định. Bước nhào trộn nóng chảy tốt hơn là được thực hiện trong khoảng nhiệt độ từ điểm nóng chảy của copolyme đến 260°C. Nhiệt độ cao hơn 260°C bất lợi là gây phân hủy polyme.

Ngoài ra, ở giai đoạn này, khi cần, bất kỳ trong số nhiều chất khác nhau đã biết làm chất làm ổn định đối với nhựa polyaxetal có thể được bổ sung mà không gây vấn đề gì. Ngoài ra, ví dụ, chất độn vô cơ như sợi thủy tinh, chất tăng tốc kết tinh (chất tạo nhân), chất giải phóng, và chất chống oxy hóa có thể được bổ sung.

Như được mô tả ở trên, thành phần (d) được bổ sung làm chất bất hoạt và làm ổn định vào copolyme thô, hỗn hợp được nhào trộn nóng chảy, khí formaldehyt tạo ra bởi sự phân hủy, monome, oligome không phản ứng, và chất bất hoạt và làm ổn định, v.v. thường được loại bỏ khỏi phần thông hơi của máy ép đùn ở điều kiện áp suất giảm, sau đó đúc thành, ví dụ, viên ở dạng sản phẩm để hoàn thiện nhựa. Viên được làm khô khi cần. Việc làm khô được thực hiện, ví dụ, ở nhiệt độ 135°C trong khoảng 4 giờ.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sau đây sẽ được mô tả chi tiết bởi các ví dụ thực hiện nhưng không bị giới hạn ở đó.

Ví dụ 1 đến 34, Ví dụ so sánh 1 đến 84

Copolymer hóa trioxan dưới dạng monome chính (a) và ete dạng vòng và/hoặc formal dạng vòng dưới dạng comonome (b)

Thiết bị polymer hóa hai trục vít liên tục được sử dụng làm thiết bị polymer hóa. Thiết bị polymer hóa được trang bị lớp vỏ ở bên ngoài qua đó môi trường gia nhiệt hoặc làm mát sẽ đi qua và được trang bị hai trục quay ở bên trong có nhiều sàng quay để khuấy và điều khiển theo hướng dọc. Nước nóng 80°C được cho đi qua lớp vỏ của thiết bị polymer hóa hai trục vít; chất lỏng hỗn hợp chứa 96,2% trọng lượng trioxan làm monome chính (a) và 3,8% trọng lượng 1,3-dioxolan làm comonome (b) và chứa 1000ppm metylal làm chất chuyển mạch được cấp liên tục vào một đầu của thiết bị polymer hóa, đồng thời cho quay hai trục quay ở tốc độ không đổi; và axit phosphotungstic làm chất xúc tác polymer hóa (c) được bổ sung liên tục vào chất lỏng hỗn hợp ở lượng 3ppm so với tổng lượng monome. Từ đó, việc copolymer hóa được thực hiện. Trong bảng 1, lượng chất xúc tác polymer hóa là tỷ lệ trọng lượng (đơn vị: ppm) so với tổng lượng của tất cả các monome.

Bất hoạt chất xúc tác polymer hóa (c)

Sản phẩm phản ứng (copolymer polyaxetal thô) từ phản ứng copolymer hóa được tháo ra từ cổng tháo được bố trí ở đầu kia của thiết bị polymer hóa, và muối (d) được thể hiện trong các bảng 1 đến 3 được bổ sung để bất hoạt chất xúc tác. Muối (d) được bổ sung như sau. Khi cột "phương pháp bổ sung" trong các bảng 1 đến 3 được ghi là "chất rắn", thành phần (d) được phân tán trong copolymer polyaxetal bột ở trạng thái rắn, và bột sau quá trình phân tán được bổ sung vào sản phẩm phản ứng. Khi cột "phương pháp bổ sung" trong các bảng 1 đến 3 được ghi là "dung dịch nước", dung dịch nước 10% trọng lượng chứa thành phần (d) được điều chế để có số mol định trước, 10mL dung dịch nước được bổ sung vào bột copolymer polyaxetal, và hỗn hợp thu được được bổ sung vào sản phẩm phản ứng.

Nhào trộn nóng chảy thành phần (e) và thành phần (f)

Sau đó, axit polycarboxylic (e) được thể hiện trong các bảng 1 đến 3 được bổ sung ở lượng được thể hiện trong các bảng 1 đến 3, và 0,3% trọng lượng trietylen glycol-bis[3-(3-t-butyl-5-metyl-4-hydroxyphenyl)propionat] làm chất chống oxy hóa được bổ sung vào đó. Hỗn hợp được nhào trộn nóng chảy và ép đùn bằng máy ép đùn hai trục vít được trang bị lỗ thông hơi ở 220°C và độ chân không 5mmHg của phần thông hơi để tạo ra mỗi viên copolyme polyaxetal theo các ví dụ và ví dụ so sánh.

[Bảng 1]

	Chất bất hoạt (d)			Axit carboxylic đa hóa trị (e)			Lượng tạo thành HCHO [μg/g]	Hình thức bên ngoài
	Chất bất hoạt	Lượng [ppm]	Phương pháp bổ sung	Loại		Lượng [ppm]		
Ví dụ 1	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	12	1
Ví dụ 2	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	13	1
Ví dụ 3	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	15	1
Ví dụ 4	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng	Copolyme axit etylen metacrylic	e-4	500	18	1
Ví dụ 5	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng	Copolyme axit etylen acrylic	e-5	500	15	1
Ví dụ 6	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	18	1
Ví dụ 7	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	15	1

Ví dụ 8	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	19	1
Ví dụ 9	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn	Copolyme axit etylen metacrylic	e-4	500	17	1
Ví dụ 10	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn	Copolyme axit etylen acrylic	e-5	500	14	1
Ví dụ 11	Natri format	10	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	14	1
Ví dụ 12	Natri format	10	Chất rắn	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	13	1
Ví dụ 13	Natri format	10	Chất rắn	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	15	1
Ví dụ 14	Natri format	10	Chất rắn	Copolyme axit etylen metacrylic	e-4	500	13	1
Ví dụ 15	Natri format	10	Chất rắn	Copolyme axit etylen acrylic	e-5	500	15	1
Ví dụ 16	Natri hydro cacbonat	10	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	13	1
Ví dụ 17	Natri hydro cacbonat	10	Chất rắn	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	12	1
Ví dụ 18	Natri hydro cacbonat	10	Chất rắn	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	11	1
Ví dụ 19	Natri hydro cacbonat	10	Chất rắn	Copolyme axit etylen metacrylic	e-4	500	13	1
Ví dụ 20	Natri hydro cacbonat	10	Chất rắn	Copolyme axit etylen acrylic	e-5	500	15	1
Ví dụ 21	Natri axetat	10	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	18	1
Ví dụ 22	Natri axetat	10	Chất rắn	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	13	1
Ví dụ 23	Natri axetat	10	Chất rắn	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	15	1
Ví dụ 24	Natri axetat	10	Chất rắn	Copolyme axit etylen metacrylic	e-4	500	15	1

Ví dụ 25	Natri axetat	10	Chất rắn	Copolymer axit etylen acrylic	e-5	500	17	1
Ví dụ 26	Natri stearat	20	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	11	1
Ví dụ 27	Natri stearat	20	Chất rắn	Axit dodecanoic (số cacbon:10)	e-2	200	15	1
Ví dụ 28	Natri stearat	20	Chất rắn	Axit dodecanoic (số cacbon:12)	e-3	200	13	1
Ví dụ 29	Natri stearat	20	Chất rắn	Copolymer axit etylen metacrylic	e-4	500	18	1
Ví dụ 30	Natri stearat	20	Chất rắn	Copolymer axit etylen acrylic	e-5	500	15	1
Ví dụ 31	Canxi stearat	20	Chất rắn	Axit dodecanoic (số cacbon:12)	e-3	200	16	1
Ví dụ 32	Magie stearat	20	Chất rắn	Copolymer axit etylen metacrylic	e-4	500	18	1
Ví dụ 33	Canxi hydroxit	3	Chất rắn	Axit dodecanoic (số cacbon:12)	e-3	200	17	1
Ví dụ 34	Magie hydroxit	3	Chất rắn	Copolymer axit etylen metacrylic	e-4	500	15	1

[Bảng 2]

	Chất bất hoạt (d)			Axit carboxylic đa hóa trị (e)			Lượng tạo thành HCHO	Hình thức bên ngoài
	Chất bất hoạt	Lượng [ppm]	Phương pháp bổ sung	Loại		Lượng [ppm]		
Ví dụ so sánh 1	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng				35	1
Ví dụ so sánh 2	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn				45	1
Ví dụ so sánh 3	Natri format	10	Chất rắn				39	1
Ví dụ so sánh 4	Natri hydro cacbonat	10	Chất rắn				41	1
Ví dụ so sánh 5	Natri axetat	10	Chất rắn				42	1
Ví dụ so sánh 6	Natri stearat	20	Chất rắn				45	1

Ví dụ so sánh 7	Melamin	700	Chất rắn				55	1
Ví dụ so sánh 8	Melamin	700	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	52	1
Ví dụ so sánh 9	Melamin	700	Chất rắn	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	48	1
Ví dụ so sánh 10	Melamin	700	Chất rắn	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	60	1
Ví dụ so sánh 11	Melamin	700	Chất rắn	Copolymer axit etylen metacrylic	e-4	500	49	1
Ví dụ so sánh 12	Melamin	700	Chất rắn	Copolymer axit etylen acrylic	e-5	500	62	1
Ví dụ so sánh 13	Nhựa melamin	700	Chất rắn				83	1
Ví dụ so sánh 14	Nhựa melamin	700	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	65	1
Ví dụ so	Nhựa melamin	700	Chất rắn	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	72	1

sánh 15									
Ví dụ so sánh 16	Nhựa melamin	700	Chất rắn	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	80	1	
Ví dụ so sánh 17	Nhựa melamin	700	Chất rắn	Copolyme axit etylen metacrylic	e-4	500	66	1	
Ví dụ so sánh 18	Nhựa melamin	700	Chất rắn	Copolyme axit etylen acrylic	e-5	500	70	1	
Ví dụ so sánh 19	CTU guanamin	700	Chất rắn				45	1	
Ví dụ so sánh 20	CTU guanamin	700	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	44	1	
Ví dụ so sánh 21	CTU guanamin	700	Chất rắn	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	50	1	
Ví dụ so sánh 22	CTU guanamin	700	Chất rắn	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	52	1	
Ví dụ so sánh 23	CTU guanamin	700	Chất rắn	Copolyme axit etylen metacrylic	e-4	500	55	1	

Ví dụ so sánh 24	CTU guanamin	700	Chất rắn	Copolymer axit etylen acrylic	e-5	500	72	1
Ví dụ so sánh 25	CMTU guanamin	700	Chất rắn				50	1
Ví dụ so sánh 26	CMTU guanamin	700	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	52	1
Ví dụ so sánh 27	CMTU guanamin	700	Chất rắn	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	60	1
Ví dụ so sánh 28	CMTU guanamin	700	Chất rắn	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	55	1
Ví dụ so sánh 29	CMTU guanamin	700	Chất rắn	Copolymer axit etylen metacrylic	e-4	500	55	1
Ví dụ so sánh 30	CMTU guanamin	700	Chất rắn	Copolymer axit etylen acrylic	e-5	500	52	1
Ví dụ so sánh 31	Benzoguanamin	700	Chất rắn				60	1
Ví dụ so	Benzoguanamin	700	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	64	1

sánh 32									
Ví dụ so sánh 33	Benzoguanamin	700	Chất rắn	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	66	1	
Ví dụ so sánh 34	Benzoguanamin	700	Chất rắn	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	70	1	
Ví dụ so sánh 35	Benzoguanamin	700	Chất rắn	Copolyme axit etylen metacrylic	e-4	500	50	1	
Ví dụ so sánh 36	Benzoguanamin	700	Chất rắn	Copolyme axit etylen acrylic	e-5	500	52	1	
Ví dụ so sánh 37	Polyamit6	700	Chất rắn				120	1	
Ví dụ so sánh 38	Polyamit6	700	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	100	1	
Ví dụ so sánh 39	Polyamit6	700	Chất rắn	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	132	1	
Ví dụ so sánh 40	Polyamit6	700	Chất rắn	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	122	1	

Ví dụ so sánh 41	Polyamit6	700	Chất rắn	Copolyme axit etylen metacrylic	e-4	500	98	1
Ví dụ so sánh 42	Polyamit6	700	Chất rắn	Copolyme axit etylen acrylic	e-5	500	108	1
Ví dụ so sánh 43	Polyamit12	700	Chất rắn				132	1
Ví dụ so sánh 44	Polyamit12	700	Chất rắn	Axit adipic (số cacbon:6)	e-1	200	112	1
Ví dụ so sánh 45	Polyamit12	700	Chất rắn	Axit decandioic (số cacbon:10)	e-2	200	110	1
Ví dụ so sánh 46	Polyamit12	700	Chất rắn	Axit dodecandioic (số cacbon:12)	e-3	200	128	1
Ví dụ so sánh 47	Polyamit12	700	Chất rắn	Copolyme axit etylen metacrylic	e-4	500	125	1
Ví dụ so sánh 48	Polyamit12	700	Chất rắn	Copolyme axit etylen acrylic	e-5	500	123	1

[Bảng 3]

	Chất bất hoạt (d)			Axit carboxylic đa hóa trị (e)			Hình thức bên ngoài
	Chất bất hoạt	Lượng [ppm]	Phương pháp sung	Loại	Lượng [ppm]	Lượng tạo thành HCHO [µg/g]	
Ví dụ so sánh 49	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng	Axit caproic (số cacbon:6)	200	28	3
Ví dụ so sánh 50	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng	Axit capric (số cacbon:10)	200	25	3
Ví dụ so sánh 51	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng	Axit stearic (số cacbon:18)	200	30	3
Ví dụ so sánh 52	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng	Axit oxalic (số cacbon:2)	200	88	2
Ví dụ so sánh 53	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng	Axit malonic (số cacbon:3)	500	95	2
Ví dụ so sánh 54	Natri hydroxit	0,5	Dung dịch nước 10% trọng lượng	Axit phthalic (axit carboxylic thơm)	500	88	2

Ví dụ so sánh 55	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn	Axit caproic (số cacbon:6)	e-6	200	20	3
Ví dụ so sánh 56	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn	Axit capric (số cacbon:10)	e-7	200	23	3
Ví dụ so sánh 57	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn	Axit stearic (số cacbon:18)	e-8	200	28	3
Ví dụ so sánh 58	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn	Axit oxalic (số cacbon:2)	e-9	200	65	3
Ví dụ so sánh 59	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn	Axit malonic (số cacbon:3)	e-10	500	82	3
Ví dụ so sánh 60	Natri cacbonat khan	10	Chất rắn	Axit phtalic (axit carboxylic thơm)	e-11	500	92	3
Ví dụ so sánh 61	Natri format	10	Chất rắn	Axit caproic (số cacbon:6)	e-6	200	25	3
Ví dụ so sánh 62	Natri format	10	Chất rắn	Axit capric (số cacbon:10)	e-7	200	20	3
Ví dụ so	Natri format	10	Chất rắn	Axit stearic (số cacbon:18)	e-8	200	18	3

Ví dụ so sánh 72	Natri hydro cacbonat	10	Chất rắn	Axit phtalic (axit carboxylic thơm)	e-11	500	67	2
Ví dụ so sánh 73	Natri axetat	10	Chất rắn	Axit caproic (số cacbon:6)	e-6	200	25	3
Ví dụ so sánh 74	Natri axetat	10	Chất rắn	Axit capric (số cacbon:10)	e-7	200	31	3
Ví dụ so sánh 75	Natri axetat	10	Chất rắn	Axit stearic (số cacbon:18)	e-8	200	28	3
Ví dụ so sánh 76	Natri axetat	10	Chất rắn	Axit oxalic (số cacbon:2)	e-9	200	65	2
Ví dụ so sánh 77	Natri axetat	10	Chất rắn	Axit malonic (số cacbon:3)	e-10	500	68	2
Ví dụ so sánh 78	Natri axetat	10	Chất rắn	Axit phtalic (axit carboxylic thơm)	e-11	500	88	3
Ví dụ so sánh 79	Natri stearat	20	Chất rắn	Axit caproic (số cacbon:6)	e-6	200	27	3
Ví dụ so	Natri stearat	20	Chất rắn	Axit capric (số cacbon:10)	e-7	200	25	3

sánh 80									
Ví dụ so sánh 81	Natri stearat	20	Chất rắn	Axit stearic (số cacbon:18)	e-8	200	30	3	
Ví dụ so sánh 82	Natri stearat	20	Chất rắn	Axit oxalic (số cacbon:2)	e-9	200	80	2	
Ví dụ so sánh 83	Natri stearat	20	Chất rắn	Axit malonic (số cacbon:3)	e-10	500	98	3	
Ví dụ so sánh 84	Natri stearat	20	Chất rắn	Axit phtalic (axit carboxylic thơm)	e-11	500	67	2	

Trong các bảng 1 đến 3, mỗi thành phần là như sau.

Chất bắt hoạt (d)

CTU guanamin (3,9-bis[2-(3,5-diamino-2,4,6-triazaphenyl)ethyl]-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5,5]undecan)

CMTU guanamin (3,9-bis[1-(3,5-diamino-2,4,6-triazaphenyl)metyl]-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5,5]undecan)

Benzoguanamin (2,4-diamino-6-phenyl-1,3,5-triazin)

Axit polycarboxylic (e)

Copolymer axit etylen metacrylic (tên sản phẩm: Nucrel Nucrel(R) N1525, Du Pont-Mitsui Polychemicals Co., Ltd. DU PONT-MITSUI POLYCHEMICALS CO.,LTD. sản xuất)

Copolymer axit etylen acrylic (tên sản phẩm: Primacor PRIMACOR™ 3460, The Dow Chemical Company sản xuất)

Đánh giá

Để đánh giá chế phẩm nhựa polyaxetal kiểu viên theo các ví dụ và ví dụ so sánh, lượng formaldehyt tạo thành và hình thức bên ngoài của sản phẩm đúc được đánh giá.

Lượng formaldehyt tạo thành từ sản phẩm nóng chảy

5g viên được cân chính xác và được giữ lại trong vật chứa kim loại ở 200°C trong 5 phút, và môi trường khí trong vật chứa đã được hấp thụ trong nước cất. Lượng formaldehyt trong dung dịch nước được định lượng theo JIS K0102, 29 (đoạn về formaldehyt), và lượng khí formaldehyt (ppm) tạo ra từ viên được tính. Kết quả được thể hiện trong bảng 1 đến 3.

Hình thức bên ngoài của sản phẩm đúc

Đánh giá hình thức bên ngoài bề mặt: đĩa có độ dày 3mm và 50mm² có cửa rớt một điểm ở giữa đường kính 1,5mm được đúc phun bằng máy đúc phun "J75SS2A"

(φ35) do The Japan Steel Works, Ltd. sản xuất theo các điều kiện dưới đây. Hình thức bên ngoài bề mặt sản phẩm đúc thu được được đánh giá cho hai mục: (1) kích thước (mm) của vết dòng chảy gần cửa và (2) đánh giá bằng mắt độ gồ ghề bề mặt. Ở mục (1), vết dòng chảy nhỏ hơn là tốt hơn. Đánh giá ba mức từ 1 đến 3 được thực hiện. Mức 1 là tốt, mức 2 là trung bình, và mức 3 là kém. Kết quả được thể hiện trong các bảng từ 1 đến 3.

Điều kiện đúc

Nhiệt độ trực lăn: 200°C-200°C-180°C-150°C

Nhiệt độ đúc: 90°C

Áp suất giữ: 750 kg/cm²

Điều kiện phun

Thời gian phun: 5 giây

Đo (áp suất bậc một-bậc hai-giữ): 25-20-8 mm

Tốc độ (bậc một-bậc hai): 25-2,5 mm/giây

Kết quả

Chế phẩm nhựa polyaxetal thu được bằng cách sử dụng nguyên liệu thích hợp làm chất bất hoạt (d) chất xúc tác polyme hóa (c) ở tỷ lệ thành phần thích hợp và sử dụng nguyên liệu thích hợp làm axit polycarboxylic (e) để được trộn với copolyme polyaxetal ở tỷ lệ thành phần thích hợp có thể đạt được tác dụng vừa ức chế lượng formaldehyt tạo thành từ vật đúc đến mức thấp vừa đem lại hình thức bên ngoài tốt hơn cho vật đúc (ví dụ 1 đến 34). Do đó, có thể cho rằng chế phẩm nhựa polyaxetal từ các ví dụ thực hiện là cực kỳ toàn diện.

Ngược lại, trong trường hợp copolyme polyaxetal không chứa axit polycarboxylic béo (e), lượng formaldehyt tạo thành không thể được ức chế đầy đủ so với các ví dụ thực hiện sáng chế (ví dụ so sánh 1 đến 6).

Ngoài ra, nếu chất bất hoạt (d) không phải là cacbonat, hydro cacbonat, hoặc carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydroxit của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ, lượng formaldehyt tạo thành không thể được ức chế đầy đủ so với các ví dụ hực hiện sáng chế (ví dụ so sánh 7 đến 48).

Đối với thành phần (e), ngay cả khi chế phẩm nhựa polyaxetal chứa axit carboxylic, khi axit carboxylic là axit monocarboxylic, không chỉ lượng formaldehyt tạo thành không thể được ức chế đầy đủ so với các ví dụ hực hiện sáng chế mà cả hình thức bên ngoài của vật đúc cũng kém hơn so với ví dụ hực hiện sáng chế (ví dụ so sánh 49 đến 51, 55 đến 57, 61 đến 63, 67 đến 69, 73 đến 75, và 79 đến 81).

Đối với thành phần (e), ngay cả khi chế phẩm nhựa polyaxetal chứa axit polycarboxylic có nhiều hơn hoặc bằng hai nhóm carboxyl, khi số cacbon của axit carboxylic nhỏ hơn bốn, lượng formaldehyt tạo thành không thể được ức chế, và hình thức bên ngoài của sản phẩm đúc cũng kém (Ví dụ so sánh 52, 53, 58, 59, 64, 65, 70, 71, 76, 77, 82, và 83).

Ngay cả khi chế phẩm nhựa polyaxetal chứa axit dicarboxylic, khi axit dicarboxylic là hợp chất thơm, lượng formaldehyt tạo thành không thể được ức chế đến mức thấp so với các ví dụ hực hiện sáng chế, và hình thức bên ngoài của vật đúc cũng kém (ví dụ so sánh 54, 60, 66, 72, 78, và 84).

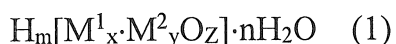
YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất chế phẩm nhựa polyaxetal, phương pháp này bao gồm bước:

bổ sung hợp chất (d) là cacbonat, hydro cacbonat, hoặc carboxylat của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ hoặc hydrat của chúng hoặc hydroxit của nguyên tố kim loại kiềm hoặc nguyên tố kim loại kiềm thổ vào sản phẩm phản ứng thu được bằng cách copolyme hóa trioxan dưới dạng monome chính (a) và ete dạng vòng và/hoặc formal dạng vòng có ít nhất một liên kết cacbon-cacbon dưới dạng comonome (b) sử dụng axit heteropoly được biểu diễn bởi công thức (1) làm chất xúc tác polyme hóa (c);

nhào trộn nóng chảy hỗn hợp để bất hoạt chất xúc tác polyme hóa (c) và thu được copolyme polyaxetal; và

bổ sung axit polycarboxylic béo (e) có nhiều hơn hoặc bằng bốn cacbon và nhiều hơn hoặc bằng hai nhóm carboxyl với lượng lớn hơn hoặc bằng 0,002 phần trọng lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 0,1 phần trọng lượng và chất chống oxy hóa phenol bị che (f) với lượng lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần trọng lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 0,5 phần trọng lượng vào 100 phần trọng lượng copolyme polyaxetal,



trong đó M^1 là nguyên tố trung tâm gồm một hoặc hai nguyên tố được chọn từ P và Si;

M^2 là một hoặc nhiều nguyên tố hợp tác được chọn từ W, Mo, và V; và

x là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 1 và nhỏ hơn hoặc bằng 10, y là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 6 và nhỏ hơn hoặc bằng 40, z là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 10 và nhỏ hơn hoặc bằng 100, m là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 1, và n là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 0 và nhỏ hơn hoặc bằng 50.

2. Phương pháp sản xuất chế phẩm nhựa polyaxetal theo điểm 1, trong đó:

axit polycarboxylic béo là một hoặc nhiều axit được chọn từ axit adipic, axit decandioic, và axit dodecandioic.

3. Phương pháp sản xuất chế phẩm nhựa polyaxetal theo điểm 1, trong đó:

axit polycarboxylic béo là nhựa copolyme axit etylen acrylic hoặc nhựa copolyme axit etylen metacrylic.