



(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)



1-0035828

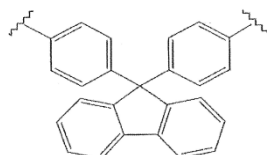
(51)^{2018.01} C08L 75/06; C08G 18/34; C08K 5/00; (13) B
C08G 18/32; C08K 3/013

- (21) 1-2018-05161 (22) 10/04/2017
(86) PCT/JP2017/014630 10/04/2017 (87) WO 2017/183497 26/10/2017
(30) 2016-086309 22/04/2016 JP
(45) 25/05/2023 422 (43) 25/01/2019 370A
(73) Nippon Polytech Corp. (JP)
370-1, Nibukata-machi, Hachioji-shi, Tokyo 193-0822 Japan
(72) SUZUKI, Kai (JP); OOGA, Kazuhiko (JP).
(74) Công ty TNHH Trường Xuân (AGELESS CO.,LTD.)

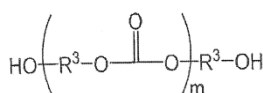
(54) CHẾ PHẨM CÓ THỂ HÓA RẮN, MÀNG HÓA RẮN THU ĐƯỢC TỪ CHẾ PHẨM NÀY, MÀNG PHỦ CHỒNG VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT BẢNG NỔI DÂY MỀM

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa rắn nhiệt tạo ra màng bảo vệ cho bảng nổi dây mềm, màng bảo vệ này có khả năng chịu uốn rất tốt và sự cong vênh được ngăn ngừa hữu hiệu trong khi duy trì độ tin cậy về sự cách điện cao trong điều kiện nhiệt độ cao và độ ẩm cao.

Chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế chứa thành phần (A) là hợp chất có ít nhất một đơn vị cấu trúc có công thức (A) và có ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit, thành phần (B) là chất hóa rắn, và thành phần (C) là dung môi hữu cơ. Thành phần (A) chứa hợp chất thu được bằng phản ứng sử dụng các thành phần chính bao gồm nguyên liệu thô (a) là dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit, nguyên liệu thô (b) là hợp chất polyol có công thức (2), và nguyên liệu thô (c) là polyisoxyanat.



(A)



(2)

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm có thể hóa rắn được sử dụng trong màng bảo vệ cách điện, phương pháp tạo ra màng bảo vệ cho bảng nối dây mềm bằng cách sử dụng chế phẩm này, bảng nối dây mềm và linh kiện điện tử bằng cách sử dụng chế phẩm này, và phương pháp sản xuất bảng nối dây mềm.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong những năm gần đây, trong lĩnh vực linh kiện điện tử, các chế phẩm nhựa dùng cho linh kiện điện tử (ví dụ, chất hàn kín, lớp bảo vệ mối hàn vảy) cần có độ bền nhiệt, đặc tính điện và khả năng chống ẩm cao hơn để đáp ứng yêu cầu làm giảm thích thước, làm mỏng và tăng tốc. Nhằm mục đích này, nhựa polyimide, nhựa polyamit imide, và nhựa polyamit ngày càng được sử dụng nhiều để thay thế cho nhựa epoxy làm nhựa tạo thành chế phẩm nhựa. Tuy nhiên, các nhựa này có cấu trúc nhựa cứng và màng hóa rắn không có tính dễ uốn. Do đó, có các vấn đề như sự cong vênh lớn của nền và khả năng chịu uốn kém sau khi hóa rắn khi các nhựa này được dùng làm nền dạng màng mỏng.

Để cải thiện đặc tính cong vênh và tính dễ uốn của các nhựa nêu trên, phương pháp tạo ra tính dễ uốn và làm giảm môđun đàn hồi bằng cách thay đổi nhựa được tính đến và nhiều loại nhựa polyamit imide được cải biến đã được đề xuất (ví dụ, các tài liệu sáng chế 1, 2 và 3).

Tài liệu sáng chế 4 bộc lộ chế phẩm nhựa rắn nhiệt được cải thiện có đặc tính cong vênh thấp, tính dễ uốn, độ bền nhiệt của mối hàn vảy và độ bền của lớp

mạ thiếc. Chế phẩm nhựa rắn nhiệt của tài liệu sáng chế 4 có tính năng rất tốt về đặc tính cách điện để duy trì đặc tính điện cao ở nhiệt độ cao và độ ẩm cao.

Tuy nhiên, trong những năm gần đây, với việc thu nhỏ kích thước của sự nổi dây, xuất hiện các vấn đề về sự đứt dây nổi trong khi vận chuyển, khi lắp đặt bảng hiển thị mà bảng nổi dây mềm được nối với, trong khung ở một vị trí khác. Do đó, cần có màng bảo vệ có chức năng bảo vệ đối với sự đứt dây nổi (sau đây chức năng này có thể được gọi là “khả năng chịu uốn”).

Tài liệu sáng chế 5 bộc lộ chế phẩm nhựa rắn nhiệt chứa nhựa polyuretan được cải biến bằng polyamit imit chứa đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ diol vòng béo và có đặc tính cong vênh thấp, tính dễ uốn và khả năng chịu uốn để nhờ đó tạo ra đặc tính cách điện cao ở nhiệt độ cao và độ ẩm cao, đặc tính cong vênh thấp và tính dễ uốn.

Tuy nhiên, ngay cả với các chế phẩm nhựa rắn nhiệt này, khả năng chịu uốn mong muốn trên thị trường vẫn có thể không được đáp ứng hoàn toàn, và cần có các màng bảo vệ cách điện có khả năng chịu uốn cao hơn nữa.

Tuy nhiên, liên quan đến nhựa dùng để tạo ra màng bảo vệ trên bảng nổi dây mềm, các phân tử nước có xu hướng đi vào điều kiện nhiệt độ cao và độ ẩm cao và khó duy trì được đặc tính điện cao với các chế phẩm nhựa thông thường có đặc tính cong vênh và tính dễ uốn được cải thiện. Phương pháp đưa thành phần có độ cứng vào cấu trúc nhựa để thu được nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh cao có thể được cho là hữu hiệu để tạo ra đặc tính điện cao nhưng phương pháp này gây ra các vấn đề như độ cong vênh lớn và khả năng chịu uốn kém của nền sau khi hóa rắn.

Liên quan đến chế phẩm nhựa rắn nhiệt của tài liệu sáng chế 4, khó tạo ra các chức năng bảo vệ đối với sự đứt dây nổi mặc dù đặc tính cong vênh thấp, tính

đễ uốn, độ bền nhiệt của mối hàn vảy và độ bền của lớp mạ thiếc được cải thiện ở mức độ nhất định. Ngoài ra, mặc dù chế phẩm nhựa rắn nhiệt của tài liệu sáng chế 5 có mức độ chịu uốn nhất định, nhưng mức độ này vẫn chưa đủ.

Các tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP S62-106960 (A)

Tài liệu sáng chế 2: JP H08-12763 (A)

Tài liệu sáng chế 3: JP H07-196798 (A)

Tài liệu sáng chế 4: JP 2006-117922 (A)

Tài liệu sáng chế 5: JP 2015-147940 (A)

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích chính của sáng chế là đề xuất chế phẩm nhựa rắn nhiệt có sự cong vênh được ngăn ngừa hữu hiệu và khả năng chịu uốn rất tốt trong khi duy trì độ tin cậy về sự cách điện cao ở nhiệt độ cao và độ ẩm cao khi tạo ra màng bảo vệ trên bảng nối dây mềm.

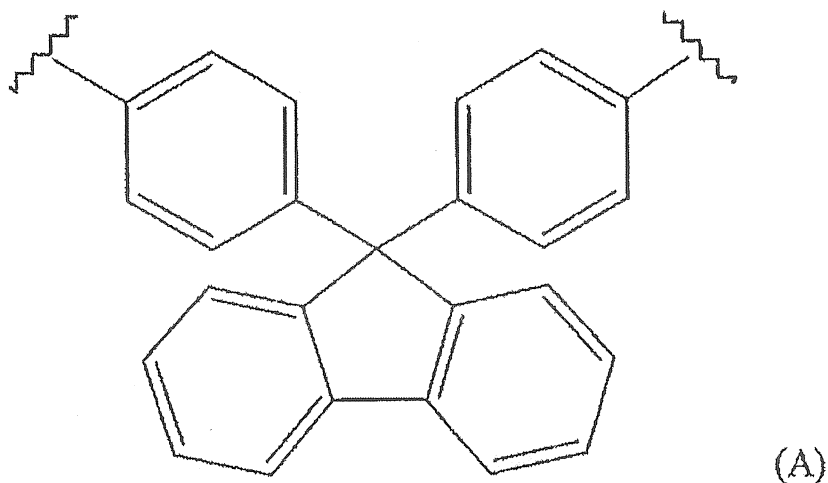
Nhờ các nghiên cứu khác nhau để giải quyết vấn đề nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng khi trong chế phẩm có thể hóa rắn chứa hợp chất có cấu trúc cụ thể và ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit làm thành phần chính trên bảng nối dây mềm, sự cong vênh của bảng nối dây mềm này là nhỏ khi chế phẩm có thể hóa rắn đã in được hóa rắn, và màng bảo vệ chứa sản phẩm hóa rắn của chế phẩm có thể hóa rắn này có tính dễ uốn rất tốt và đặc tính cách điện cao trong thời gian dài, và có thể thu được hiệu quả ngăn ngừa sự đứt dây nối cao khi bảng nối dây mềm được phủ bằng màng bảo vệ này bị rung lắc. Sáng chế được hoàn thành dựa trên các phát hiện này.

[1] Chế phẩm có thể hóa rắn chứa:

thành phần (A) là hợp chất có ít nhất một đơn vị cấu trúc có công thức (A) dưới đây, có ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit, và có nhóm chức có khả năng phản ứng với chất hóa rắn,

thành phần (B) là chất hóa rắn, và

thành phần (C) là dung môi hữu cơ



đường dạng sóng thể hiện đầu tận cùng của cấu trúc và vị trí liên kết với cấu trúc khác.

[2] Chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục [1], trong đó nhóm chức có khả năng phản ứng với chất hóa rắn là ít nhất một nhóm trong số nhóm carboxyl, nhóm hydroxyl, nhóm anhydrit axit, nhóm isoxyanato, nhóm amit, và nhóm amino.

[3] Chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục [1] hoặc [2], trong đó thành phần (A) có nồng độ vòng thơm nằm trong khoảng từ 1,0 đến 6,0 mmol/g.

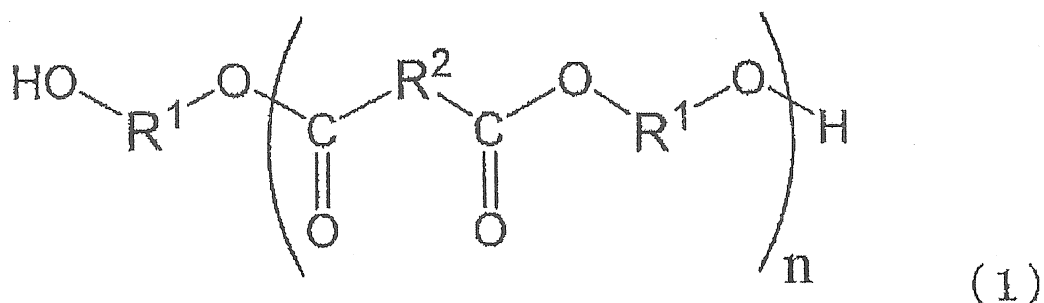
[4] Chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], trong đó thành phần (A) chứa hợp chất thu được bằng phản ứng sử dụng các nguyên liệu thô bao gồm:

nguyên liệu thô (a) là dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit,

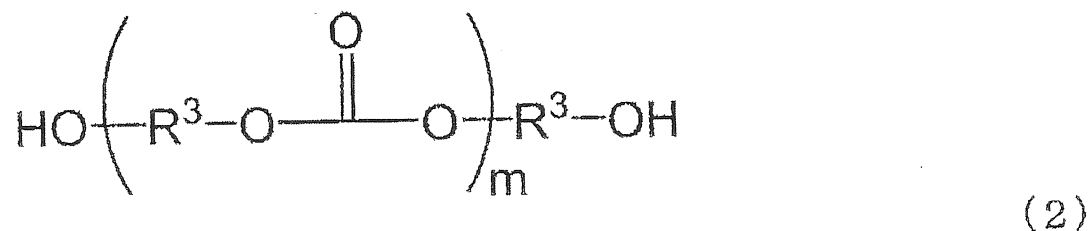
nguyên liệu thô (b) là hợp chất polyol được thể hiện bằng ít nhất một trong số các công thức chung (1) và (2) dưới đây,

nguyên liệu thô (c) là polyisoxyanat, và

nguyên liệu thô (d) có công thức (A2) và/hoặc (A3) dưới đây

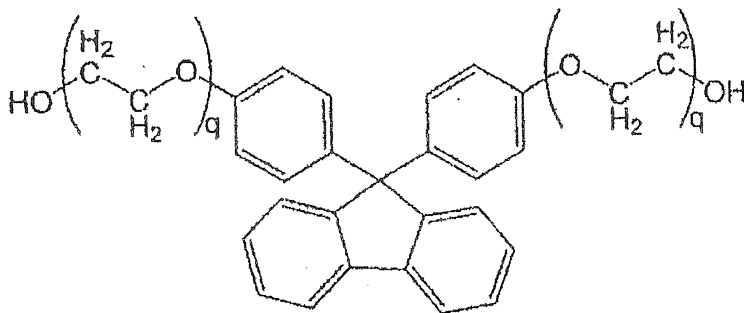


trong công thức (1), mỗi nhóm R^1 với giá trị của $(n+1)$ độc lập là gốc hữu cơ có nguồn gốc từ diol có số lượng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 3 đến 36, mỗi nhóm R^2 với giá trị của n độc lập là ít nhất một gốc được chọn từ gốc hữu cơ thơm, gốc hữu cơ thơm có thêm nhóm thế, và gốc hữu cơ có nguồn gốc từ axit dicarboxylic có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon, và n độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 60



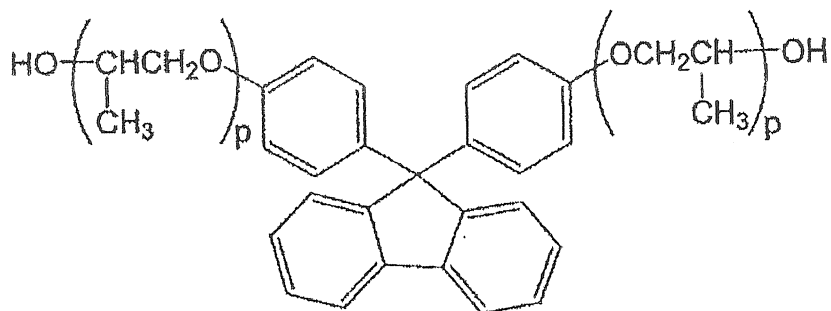
trong công thức (2), mỗi nhóm R^3 với giá trị của $(m+1)$ độc lập là gốc hữu

cơ có nguồn gốc từ diol có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon, và m độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 60,



(A 2)

trong công thức (A2), mỗi q độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 10,



(A 3)

trong công thức (A3), mỗi p độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 10.

Các nguyên liệu của thành phần (A) trong chế phẩm có thể hóa rắn được cụ thể hóa trong mục [4] là nguyên liệu thô (a), nguyên liệu thô (b), nguyên liệu thô (c), và nguyên liệu thô (d), và nhiều hợp chất tương ứng với nguyên liệu thô (a), nguyên liệu thô (b), nguyên liệu thô (c), và nguyên liệu thô (d) có thể được cho phản ứng với nhau. Ngoài ra, các polyme có thể thu được thay đổi tùy theo tỷ lệ trộn của mỗi monome và các điều kiện phản ứng. Do đó, cấu trúc của thành phần A

thu được bao gồm khoảng rộng, và dựa vào sự hiểu biết kỹ thuật thông thường của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, khó xác định được thành phần A bằng cấu trúc cụ thể. Do cấu trúc không thể được xác định cụ thể, các đặc tính cũng không thể được xác định cụ thể.

Điều này có nghĩa là không thể xác định chế phẩm polyme được cụ thể hóa trong mục [4] theo cấu trúc và các đặc tính của nó, và chế phẩm polyme được cụ thể hóa trong mục [4] chỉ có thể được xác định theo quy trình (quy trình sản xuất). Do đó, "những trường hợp mà trong đó không thể hoặc hoàn toàn không thực tế để xác định trực tiếp sản phẩm theo cấu trúc hoặc các đặc tính của nó ở thời điểm nộp đơn sáng chế" được hiểu là có xảy ra.

[4'] Chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục [1], trong đó thành phần (A) chứa sản phẩm phản ứng của nguyên liệu thô (a) là dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit, nguyên liệu thô (b) là hợp chất polyol được thể hiện bằng ít nhất một trong số các công thức chung (1) và (2) dưới đây, nguyên liệu thô (c) là polyisoxyanat, và nguyên liệu thô (d) có công thức (A2) và/hoặc (A3) dưới đây.

[5] Chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó thành phần (A) có đơn vị cấu trúc được thể hiện bằng công thức (A), có ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit, và còn có liên kết uretan.

[6] Chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [5], trong đó thành phần (A) có chỉ số axit nằm trong khoảng từ 10 đến 50 mgKOH/g.

[7] Chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục bất kỳ trong số các

mục từ [1] đến [6], trong đó thành phần (B) chứa hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm epoxy trong một phân tử.

[8] Chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [7], trong đó thành phần (C) là ít nhất một dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm dung môi trên cơ sở ete, dung môi trên cơ sở este, dung môi trên cơ sở keton, và dung môi trên cơ sở hydrocacbon thơm.

[9] Chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [8], trong đó chế phẩm này còn chứa:

thành phần (D) là ít nhất một loại hạt mịn được chọn từ nhóm bao gồm hạt mịn vô cơ và hạt mịn hữu cơ.

[10] Chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [9], trong đó chế phẩm này chứa thành phần (B) với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 55 phần khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) là 100 phần khối lượng.

[11] Chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [10], trong đó chế phẩm này chứa thành phần (C) với lượng nằm trong khoảng từ 25 đến 75 phần khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B), thành phần (C) và thành phần (D) (tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B) và thành phần (C) khi thành phần (D) không có mặt) là 100 phần khối lượng.

[12] Màng hóa rắn chứa sản phẩm hóa rắn của chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [11].

[13] Màng phủ chồng cho bảng nối dây mềm thu được bằng cách phủ chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến

[11] lên một phần hoặc toàn bộ bề mặt có sự nổi dây của bảng nổi dây mềm được tạo ra, và trong đó sự nổi dây được tạo ra trên nền mềm dẻo, và hóa rắn chế phẩm có thể hóa rắn này.

[14] Bảng nổi dây mềm, trong đó một phần hoặc toàn bộ bề mặt có sự nổi dây của bảng nổi dây mềm được tạo ra, và trong đó sự nổi dây được tạo ra trên nền mềm dẻo, được phủ bằng màng phủ chống như được mô tả trong mục [13].

[15] Bảng nổi dây mềm như được mô tả trong [14], trong đó sự nổi dây là sự nổi dây đồng được mạ thiếc.

[16] Phương pháp sản xuất bảng nổi dây mềm được phủ bằng màng phủ chống, phương pháp này bao gồm bước (1) và bước (3) sau đây và bước (2), nếu cần:

bước (1)

in chế phẩm có thể hóa rắn như được mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [11] lên ít nhất một phần của kiểu nổi dây của bảng nổi dây mềm để tạo ra màng in trên kiểu nổi dây này,

bước (2)

cho màng in thu được trong bước (1) vào môi trường ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C để làm bay hơi một phần hoặc toàn bộ dung môi trong màng in,

bước (3)

gia nhiệt màng in thu được trong bước (1) hoặc màng in thu được trong bước (2) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100 đến 170°C để hóa rắn màng này để thu được màng phủ chống.

[17] Linh kiện điện tử có màng hóa rắn như được mô tả trong mục [12].

Thuật ngữ "mỗi nhóm R^1 với giá trị của $(n+1)$ độc lập" trong bản mô tả này có nghĩa là tất cả các nhóm R^1 với giá trị của $(n+1)$ có cùng cấu trúc, hoặc một số nhóm R^1 với giá trị của $(n+1)$ có cùng cấu trúc và các nhóm còn lại có cấu trúc khác, hoặc mọi nhóm R^1 với giá trị của $(n+1)$ có cấu trúc khác. Tương tự, các thuật ngữ "mỗi nhóm R^2 với giá trị của n độc lập" và "mỗi nhóm R^3 với giá trị của $(m+1)$ độc lập" có nghĩa là tất cả các nhóm R^2 với giá trị của n hoặc nhóm R^3 với giá trị của $(m+1)$ có cùng cấu trúc, hoặc một số nhóm R^2 với giá trị của n hoặc nhóm R^3 với giá trị của $(m+1)$ có cùng cấu trúc và các nhóm còn lại có cấu trúc khác, hoặc mọi nhóm R^2 với giá trị của n hoặc nhóm R^3 với giá trị của $(m+1)$ có cấu trúc khác.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Có thể thu được màng hóa rắn có đặc tính cong vênh thấp, tính dễ uốn và độ tin cậy về sự cách điện trong thời gian dài bằng cách hóa rắn chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế, và hiệu quả ngăn ngừa sự đứt dây nối khi bảng nối dây mềm bị rung lắc có thể được tăng lên bằng cách tạo ra lớp phủ có màng hóa rắn nêu trên làm màng bảo vệ.

Ngoài ra, sáng chế tạo ra màng bảo vệ bao gồm sản phẩm hóa rắn của chế phẩm có thể hóa rắn, và bảng nối dây mềm được phủ bằng màng bảo vệ và có sự cong vênh được ngăn ngừa hữu hiệu và có khả năng chịu uốn rất tốt trong khi vẫn duy trì độ tin cậy về sự cách điện cao.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án được ưu tiên của sáng chế sẽ được giải thích chi tiết dưới đây. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn bởi các phương án này.

Chế phẩm có thể hóa rắn

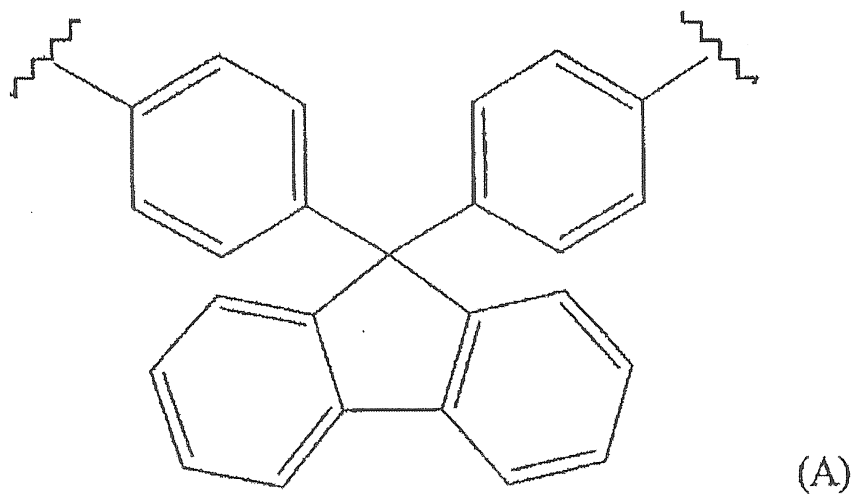
Sáng chế đề cập đến chế phẩm có thể hóa rắn khác biệt ở chỗ, chế phẩm này

chứa:

thành phần (A) là hợp chất có ít nhất một đơn vị cấu trúc có công thức (A) dưới đây, ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit, và nhóm chức có khả năng phản ứng với chất hóa rắn,

thành phần (B) là chất hóa rắn, và

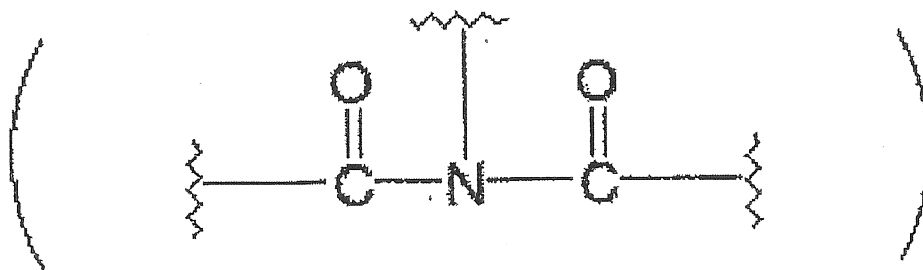
thành phần (C) là dung môi hữu cơ.



Đường dạng sóng (cũng áp dụng cho các công thức sau đây) thể hiện đầu tận cùng của cấu trúc và vị trí liên kết với cấu trúc khác.

Thành phần (A)

Thành phần (A), là thành phần chính của chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế, là hợp chất có đơn vị cấu trúc có công thức (A), và ít nhất một liên kết trong số liên kết imit



và liên kết amit ($-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}-$).

Thành phần (A) có thể còn có liên kết uretan ($-\text{O}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}-$). Ngoài ra, thành phần (A) có nhóm chức có khả năng phản ứng với chất hóa rắn. Các ví dụ về nhóm chức được ưu tiên có khả năng phản ứng với chất hóa rắn bao gồm ít nhất một nhóm chức được chọn từ nhóm carboxyl, nhóm hydroxyl, nhóm anhydrit axit, nhóm isoxyanato, nhóm amit và nhóm amino. Khi nhóm isoxyanato có mặt, tốt hơn nếu nhóm này được bảo vệ bằng chất bảo vệ. Các nhóm khác cũng có thể được bảo vệ bằng chất bảo vệ, và nhóm bất kỳ trở nên có khả năng phản ứng khi nhóm bảo vệ được giải phóng được cho là nhóm chức.

Các hiệu quả thu được sao cho sự co ngót của sản phẩm hóa rắn có thể được giảm đi khi chế phẩm có thể hóa rắn được hóa rắn và chính màng hóa rắn này có tính dễ uốn cao và khả năng chịu uốn rất tốt bằng cách có ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit và bằng cách chứa đơn vị cấu trúc có công thức (A) làm thành phần chính.

Tốt hơn, nếu nồng độ vòng thơm của thành phần (A), là thành phần chính của chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế, nằm trong khoảng từ 1,0 đến 6,0 mmol/g, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 5,0 mmol/g. Đặc tính cong vênh và khả năng chịu uốn có thể được cân bằng khi nồng độ vòng thơm của thành phần (A) nhỏ hơn hoặc bằng 6,0 mmol/g, và có thể thu được khả năng chịu uốn đủ khi nồng độ nêu trên lớn hơn hoặc bằng 1,0 mmol/g. Nồng độ vòng thơm là số

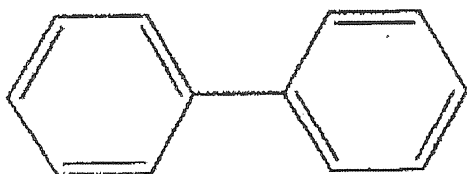
lượng (mmol) vòng thơm trong 1g hợp chất. Nồng độ vòng thơm có thể được tính từ tỷ lệ nạp liệu, hoặc có thể được phân tích bằng cách xác định cấu trúc bằng phương pháp $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$ và IR, và sau đó so sánh số lượng proton thu được từ vòng thơm và số lượng proton thu được từ thiết bị (so sánh bằng cách sử dụng đường cong tích phân $^1\text{H-NMR}$).

Liên quan đến số lượng vòng thơm trong bản mô tả này, vòng benzen được thể hiện bằng công thức (51) dưới đây được tính làm một vòng thơm. Do có hai vòng benzen, cấu trúc biphenyl như được thể hiện bằng công thức (52) hoặc cấu trúc 9H-floren như được thể hiện bằng công thức (53) được tính là hai vòng thơm. Cấu trúc naphtalen như được thể hiện bằng công thức (54) được tính là hai vòng thơm. Tương tự, cấu trúc antraxen (công thức (55)) hoặc cấu trúc phenantren (công thức (56)) được tính là ba vòng thơm. Ngoài ra, cấu trúc triphenylen (công thức (77)) hoặc cấu trúc binaphthyl (công thức (58)) được tính là bốn vòng thơm.

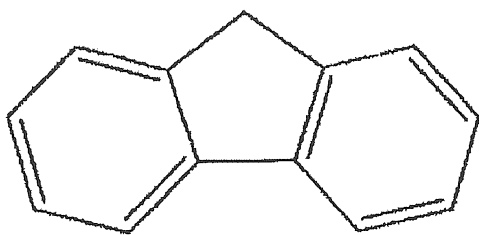
Số lượng vòng trong các công thức từ (51') đến (58') thể hiện số lượng vòng thơm trong các công thức từ (51) đến (58).



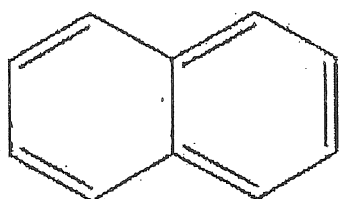
(51)



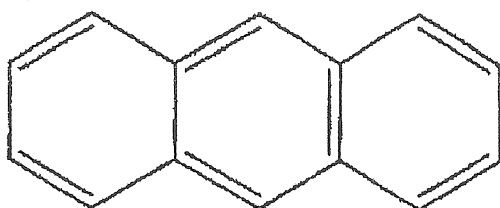
(52)



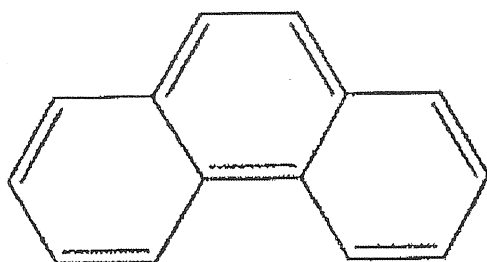
(53)



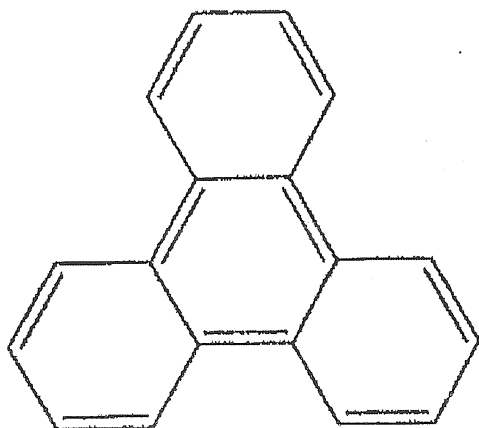
(54)



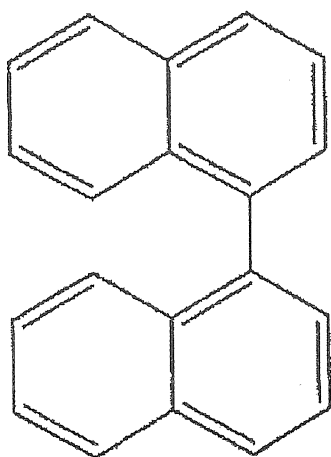
(55)



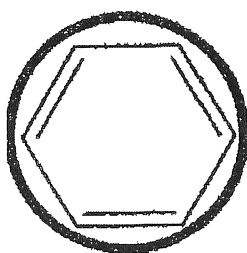
(56)



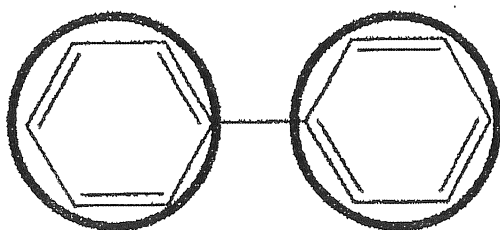
(57)



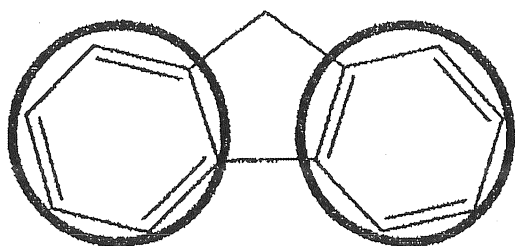
(58)



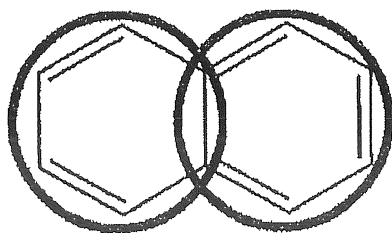
(51')



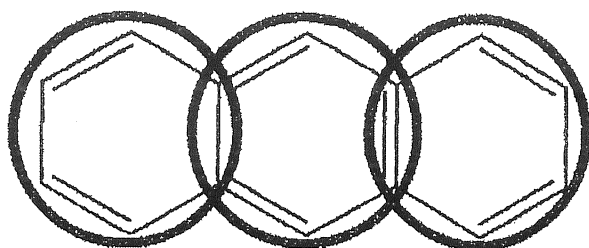
(52')



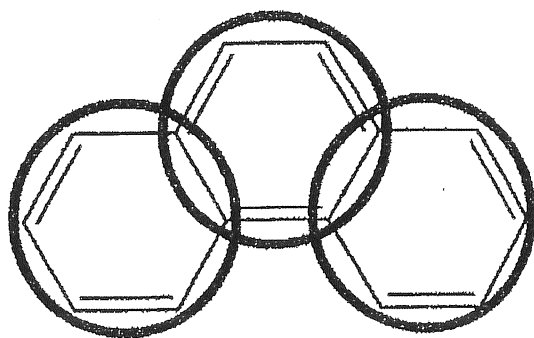
(5 3')



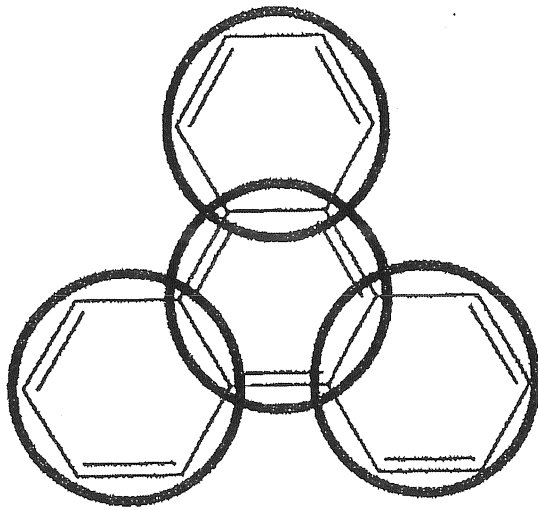
(5 4')



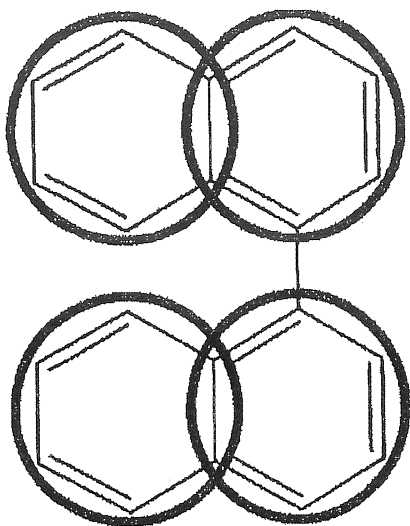
(5 5')



(5 6')



(5 7 ')



(5 8 ')

Các ví dụ về thành phần (A) bao gồm các hợp chất chứa sản phẩm của phản ứng thu được bằng cách sử dụng các nguyên liệu thô bao gồm:

nguyên liệu thô (a) là dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit,

nguyên liệu thô (b) là hợp chất polyol được thể hiện bằng ít nhất một trong số các công thức chung (1) và (2),

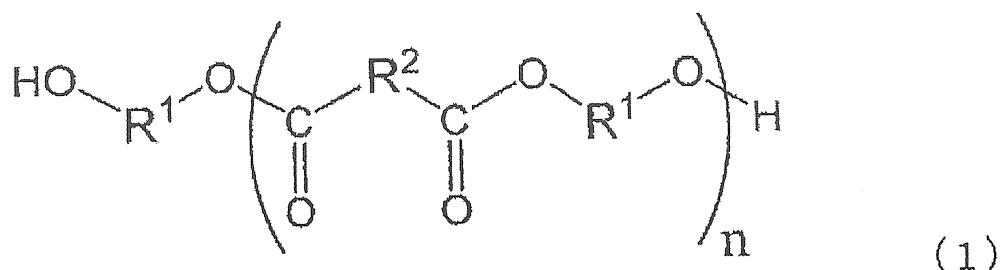
nguyên liệu thô (c) là polyisoxyanat, và

nguyên liệu thô (d) có công thức (A2) và/hoặc (A3).

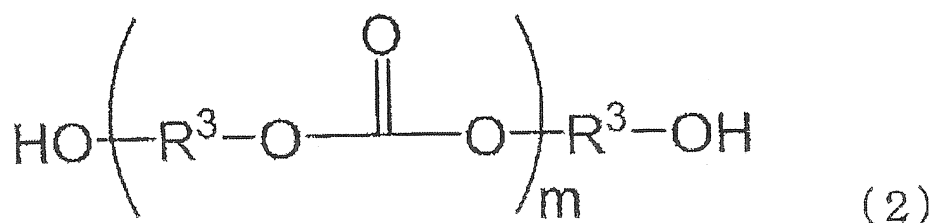
Quy trình tổng hợp thành phần (A) được giải thích dưới đây. Thành phần (A) có thể được tổng hợp, ví dụ, bằng các quy trình từ 1 đến 3 sau đây.

Quy trình (1)

Nguyên liệu thô (b), hợp chất polyol được thể hiện bằng ít nhất một trong số các công thức chung (1) và (2) dưới đây,



trong công thức (1), mỗi nhóm R^1 với giá trị của $(n+1)$ độc lập là gốc hữu cơ có nguồn gốc từ diol có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon, mỗi nhóm R^2 với giá trị của n độc lập là ít nhất một gốc được chọn từ gốc hữu cơ thơm, gốc hữu cơ thơm có thêm nhóm thế, và gốc hữu cơ có nguồn gốc từ axit dicarboxylic có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon, và n độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 60,

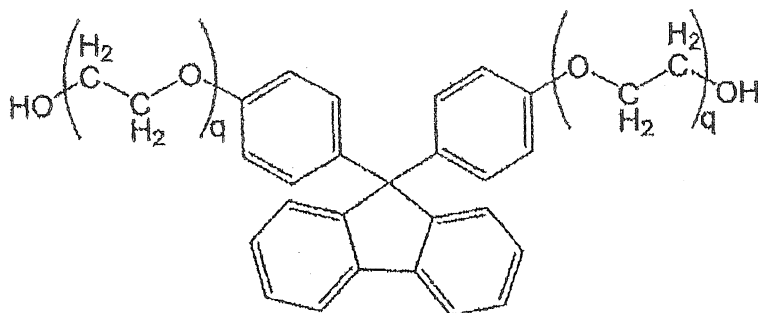


trong công thức (2), mỗi nhóm R^3 với giá trị của $m+1$ độc lập là gốc hữu cơ có nguồn gốc từ diol có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon, và m độc lập là số nguyên

nằm trong khoảng từ 1 đến 60,

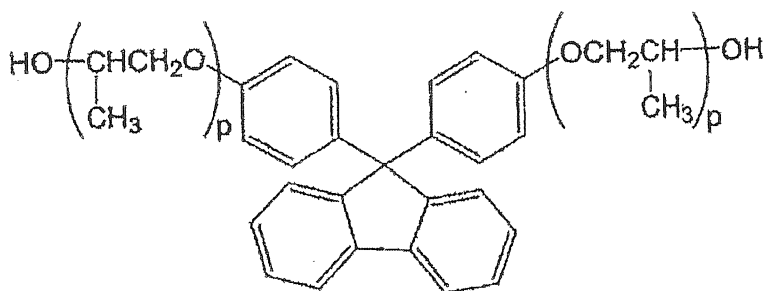
và

nguyên liệu thô (d), hợp chất diol có công thức (A2) và/hoặc công thức (A3),



(A 2)

trong công thức (A2), mỗi q độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 10; tốt hơn nếu q là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 2, và tốt hơn nếu giá trị trung bình của q nằm trong khoảng từ 1 đến 4, tốt hơn nữa nếu bằng 1 hoặc 2,



(A 3)

trong công thức (A3), mỗi p độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 10; tốt hơn nếu q là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 4, tốt hơn nếu là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 2, và tốt hơn nếu giá trị trung bình của p nằm trong khoảng từ 1 đến 4, tốt hơn nữa nếu bằng 1 hoặc 2,

được cho phản ứng với

nguyên liệu thô (c), polyisoxyanat, để thu được hợp chất polyisoxyanat có liên kết uretan và được ngắt mạch bằng nhóm isoxyanato, và sau đó hợp chất polyisoxyanat thu được chứa hợp chất có liên kết uretan và được ngắt mạch bằng nhóm isoxyanato được cho phản ứng với nguyên liệu thô (a), dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit.

Quy trình (2)

Nguyên liệu thô (c), polyisoxyanat, được cho phản ứng với nguyên liệu thô (a), dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit, để thu được polyisoxyanat có ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit và được ngắt mạch bằng nhóm isoxyanato, và sau đó polyisoxyanat thu được được cho phản ứng với nguyên liệu thô (b), hợp chất polyol được thể hiện bằng ít nhất một trong số các công thức chung (1) và (2), và nguyên liệu thô (d), hợp chất diol có công thức (A2) và/hoặc (A3).

Quy trình (3)

Nguyên liệu thô (c), polyisoxyanat, được cho phản ứng với nguyên liệu thô (a), dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit, để thu được hợp chất có ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit và được ngắt mạch bằng nhóm anhydrit axit và/hoặc nhóm carboxyl, và sau đó hợp chất thu được được cho phản ứng với nguyên liệu thô (b), hợp chất polyol được thể hiện bằng ít nhất một trong số các công thức chung (1) và (2), và nguyên liệu thô (d), diol có công thức (A2) và/hoặc (A3).

Quy trình (1)

Trong quá trình tổng hợp của quy trình 1, nguyên liệu thô (b), hợp chất

polyol được thể hiện bằng ít nhất một trong số các công thức chung (1) và (2), và nguyên liệu thô (d), hợp chất diol có công thức (A2) và/hoặc (A3), được cho phản ứng với nguyên liệu thô (c), polyisoxyanat, để trước tiên là tổng hợp hợp chất polyisoxyanat có liên kết uretan và được ngắt mạch bằng nhóm isoxyanato (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (A¹-1)").

Polyol tạo thành nguyên liệu thô (b) có công thức (1) hoặc công thức chung (2).

Trong công thức (1), mỗi nhóm R¹ với giá trị của (n+1) độc lập là gốc hữu cơ có nguồn gốc từ diol có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon. Nói theo cách khác, gốc hữu cơ có nguồn gốc từ diol là nhóm hóa trị hai tạo thành sau khi loại bỏ hai nhóm hydroxy ra khỏi diol.

Các ví dụ về hợp chất diol có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon bao gồm các hợp chất diol có cấu trúc mạch như 1,3-propandiol, 1,2-propandiol, 1,4-butandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 3-metyl-1,5-pentandiol, 1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, 2-metyl-1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, 1,10-decandiol, 1,12-dodecandiol, (C36) dime diol được hydro hóa, dietylen glycol, và trietylen glycol, và

các hợp chất diol có cấu trúc vòng béo như các hợp chất diol dạng vòng có 5 cạnh như 1,2-xyclopentandimetanol, 1,3-xyclopentandimetanol, và bis(hydroxymetyl)trixyclo[5.2.1.0]decan, và các hợp chất diol dạng vòng có 6 cạnh như 1,2-xyclohexandiol, 1,3-xyclohexandiol, 1,4-xyclohexandiol, 1,2-xyclohexandimetanol, 1,3-xyclohexandimetanol, 1,4-xyclohexandimetanol, và 2,2-bis(4-hydroxycyclohexyl)-propan. R¹ có cấu trúc tạo thành sau khi loại bỏ nhóm hydroxyl ở đầu tận cùng ra khỏi các hợp chất diol này.

Đối với nhóm R^1 , các nhóm hydrocacbon hóa trị hai có từ 3 đến 18 nguyên tử cacbon và cấu trúc mạch là được ưu tiên. Các nhóm hydrocacbon hóa trị hai có từ 4 đến 9 nguyên tử cacbon và cấu trúc mạch được ưu tiên hơn nữa, và các nhóm hydrocacbon hóa trị hai có từ 4 đến 6 nguyên tử cacbon và cấu trúc mạch được đặc biệt ưu tiên. Nói theo cách khác, ví dụ về các hợp chất diol được ưu tiên mà gốc axit hữu cơ R^1 có thể có nguồn gốc từ đó bao gồm 1,3-propandiol, 1,2-propandiol, 1,4-butandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 3-metyl-1,5-pentandiol, 1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, 2-metyl-1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, và 1,10-decandiol. Các ví dụ được ưu tiên hơn nữa bao gồm 1,4-butandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 3-metyl-1,5-pentandiol, 1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, 2-metyl-1,8-octandiol, và 1,9-nonandiol. Các ví dụ được đặc biệt ưu tiên bao gồm 1,4-butandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, và 3-metyl-1,5-pentandiol, và các hợp chất diol được ưu tiên nhất là 1,6-hexandiol và 3-metyl-1,5-pentandiol.

Trong công thức (1), mỗi nhóm R^2 với giá trị của n độc lập là ít nhất một nhóm được chọn từ nhóm thơm hóa trị hai, nhóm thơm hóa trị hai có nhóm thế, và gốc hữu cơ có nguồn gốc từ axit dicarboxylic có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon.

Nhóm phenylen hoặc nhóm phenylen có nhóm thế được ưu tiên làm nhóm thơm hóa trị hai để tạo thành nhóm R^2 . Các ví dụ về nhóm phenylen bao gồm nhóm 1,2-phenylen, nhóm 1,3-phenylen, và nhóm 1,4-phenylen. Ngoài ra, các ví dụ về nhóm thế của nhóm phenylen có nhóm thế bao gồm các nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon. Các ví dụ cụ thể bao gồm các nhóm phenylen có nhóm alkyl làm nhóm thế như nhóm 3-metyl-1,2-phenylen, nhóm 4-metyl-1,2-phenylen, nhóm 4-metyl-1,3-phenylen, nhóm 2-metyl-1,4-phenylen, nhóm 3-etyl-1,2-phenylen, nhóm

4-ethyl-1,2-phenylen, nhóm 4-ethyl-1,3-phenylen, và nhóm và 2-ethyl-1,4-phenylen. Các ví dụ về nhóm phenylen có nhóm thế bao gồm các nhóm phenylen có halogen như nhóm 3-bromo-1,2-phenylen, nhóm 4-bromo-1,2-phenylen, nhóm 4-bromo-1,3-phenylen, nhóm 2-bromo-1,4-phenylen, nhóm 3-clo-1,2-phenylen, nhóm 4-clo-1,2-phenylen, nhóm 4-clo-1,3-phenylen, và nhóm 2-clo-1,4-phenylen. Các ví dụ cụ thể về gốc của axit dicarboxylic có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon để tạo thành nhóm R^2 bao gồm các gốc của axit malonic, axit succinic, axit adipic, axit sebacic, axit dodecandioic, axit eicosandioic, dime axit, axit maleic, axit phtalic, axit isophtalic, axit malic, axit tartaric, và axit tương tự. Các ví dụ về nhóm R^2 khi R^2 là gốc axit dicarboxylic bao gồm các nhóm hydrocacbon hóa trị hai gần như giống với các nhóm hydrocacbon hóa trị hai của nhóm R^1 , có cấu trúc trong đó nhóm carboxy ở đầu tận cùng đã được loại bỏ ra khỏi các axit dicarboxylic này.

Trong số các ví dụ này, nhóm 1,2-phenylen, nhóm 1,3-phenylen, nhóm 1,4-phenylen và nhóm phenylen có nhóm alkyl làm nhóm thế được ưu tiên làm nhóm R^2 . Nhóm 1,2-phenylen, nhóm 1,3-phenylen, và nhóm 1,4-phenylen được ưu tiên hơn nữa, và nhóm 1,2-phenylen và nhóm 1,3-phenylen được đặc biệt ưu tiên.

Tổ hợp được ưu tiên nhất của nhóm R^1 và R^2 với nhóm R^2 là gốc hữu cơ có nguồn gốc từ 1,6-hexandiol hoặc 3-metyl-1,5-pentandiol khi R^1 là nhóm 1,2-phenylen, và R^2 là gốc hữu cơ có nguồn gốc từ 3-metyl-1,5-pentandiol khi R^1 là nhóm 1,3-phenylen.

n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 60. Tốt hơn, nếu n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 45, đặc biệt tốt hơn nếu n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30. Tốt hơn, nếu giá trị trung bình của n nằm trong khoảng từ 3 đến 11, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 10.

Các ví dụ về hợp chất diol có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon bao gồm các hợp chất diol có cấu trúc mạch như 1,3-propandiol, 1,2-propandiol, 1,4-butandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 3-metyl-1,5-pentandiol, 1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, 2-metyl-1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, 1,10-decandiol, 1,12-dodecandiol, (C36) dime diol được hydro hóa, dietylen glycol, và trietylen glycol, và

các hợp chất diol có cấu trúc vòng béo như các hợp chất diol dạng vòng có 5 cạnh như 1,2-xyclopentandimetanol, 1,3-xyclopentandimetanol, và bis(hydroxymetyl)trixyclo[5.2.1.0]decan, và các hợp chất diol dạng vòng có 6 cạnh như 1,2-xyclohexandiol, 1,3-xyclohexandiol, 1,4-xyclohexandiol, 1,2-xyclohexandimetanol, 1,3-xyclohexandimetanol, 1,4-xyclohexandimetanol, và 2,2-bis(4-hydroxyxyclohexyl)-propan.

Các nhóm hydrocacbon hóa trị hai có từ 3 đến 18 nguyên tử cacbon và cấu trúc mạch được ưu tiên làm nhóm R³. Các nhóm hydrocacbon hóa trị hai có từ 4 đến 9 nguyên tử cacbon và cấu trúc mạch được ưu tiên hơn nữa, và các nhóm hydrocacbon hóa trị hai có từ 4 đến 6 nguyên tử cacbon và cấu trúc mạch được đặc biệt ưu tiên. Nói theo cách khác, ví dụ về các hợp chất diol được ưu tiên mà gốc axit hữu cơ R³ có thể có nguồn gốc từ đó bao gồm 1,3-propandiol, 1,2-propandiol, 1,4-butandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 3-metyl-1,5-pentandiol, 1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, 2-metyl-1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, và 1,10-decandiol. Các ví dụ được ưu tiên hơn nữa bao gồm 1,4-butandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 3-metyl-1,5-pentandiol, 1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, 2-metyl-1,8-octandiol, và 1,9-nonandiol. Các ví dụ được đặc biệt ưu tiên bao gồm 1,4-butandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, 1,5-pentandiol,

1,6-hexandiol, và 3-metyl-1,5-pentandiol, và các hợp chất diol được ưu tiên nhất là 1,6-hexandiol và 3-metyl-1,5-pentandiol.

m là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 60. Tốt hơn, nếu m là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 45, đặc biệt tốt hơn nếu là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, và tốt hơn nếu giá trị trung bình của m nằm trong khoảng từ 3 đến 11, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 10.

Tốt hơn, nếu trọng lượng phân tử trung bình số lượng của các hợp chất diol có công thức chung (1) và (2) nằm trong khoảng từ 500 đến 5000, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 750 đến 4000, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1000 đến 3000.

Các hợp chất có công thức (A2) và/hoặc (A3) được sử dụng làm nguyên liệu thô (d) là như đã nêu trên đây.

Polyisoxyanat được sử dụng làm nguyên liệu thô (c) được cho phản ứng với nguyên liệu thô (b) và nguyên liệu thô (d). Không có giới hạn cụ thể về nguyên liệu thô (c), polyisoxyanat, miễn là nguyên liệu này là hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm isoxyanato. Các ví dụ cụ thể về hợp chất polyisoxyanat bao gồm các hợp chất polyisoxyanat vòng béo như 1,3-xyclohexan diisoxyanat, 1,4-xyclohexan diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, 4,4'-dixyclohexylmetan diisoxyanat, 1,3-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, norbornen diisoxyanat, và dạng biuret của isophoron diisoxyanat;

các hợp chất polyisoxyanat có vòng thơm như diphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 3,2'-dimetyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 3,3'-dimetyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 4,2'-dimetyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 4,3'-dimetyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 5,2'-

dimetyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 5,3'-dimetyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 6,2'-dimetyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 6,3'-dimetyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 3,2'-dietyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 3,3'-dietyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 4,2'-dietyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 4,3'-dietyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 5,2'-dietyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 5,3'-dietyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 6,2'-dietyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 6,3'-dietyldiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 3,2'-dimetoxydiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 3,3'-dimetoxydiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 4,2'-dimetoxydiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 4,3'-dimetoxydiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 5,2'-dimetoxydiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 5,3'-dimetoxydiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 6,2'-dimetoxydiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 6,3'-dimetoxydiphenylmetan-2,4'-diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, diphenylmetan-3,3'-diisoxyanat, diphenylmetan-3,4'-diisoxyanat, diphenylete-4,4'-diisoxyanat, benzophenon-4,4'-diisoxyanat, diphenylsulfon-4,4'-diisoxyanat, 2,4-tolylen diisoxyanat, 2,6-tolylen diisoxyanat, m-xylylen diisoxyanat, p-xylylen diisoxyanat, 1,5-naphtalen diisoxyanat, và 4,4'-[2,2-bis(4-phenoxyphenyl)propan]diisoxyanat;

các hợp chất polyisoxyanat béo có cấu trúc mạch như dạng biuret của hexametylen diisoxyanat, lysin triisoxyanat, lysin diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, 2,4,4-trimetyl hexametylen diisoxyanat và 2,2,4-trimetyl hexametylen diisoxyanat; và

các hợp chất polyisoxyanat dị vòng như dạng isoxyanurat của isophoron diisoxyanat, và dạng isoxyanurat của hexametylen diisoxyanat. Các hợp chất polyisoxyanat này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai

hoặc nhiều loại.

Khi tính đến khả năng phản ứng giữa hợp chất tổng hợp được có liên kết uretan và được ngắt mạch bằng nhóm isoxyanato và nguyên liệu thô (a), dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit, được cho phản ứng với nhau, polyisoxyanat có vòng thơm là được ưu tiên trong số các hợp chất polyisoxyanat nêu trên. Các hợp chất polyisoxyanat có vòng thơm như diphenylmetan-4,4'-diisoxyanat, diphenylmetan-3,3'-diisoxyanat, diphenylmetan-3,4'-diisoxyanat, và diphenylete-4,4'-diisoxyanat được ưu tiên hơn nữa, và diphenylmetan-4,4'-diisoxyanat được ưu tiên nhất.

Nhóm isoxyanato trong hợp chất polyisoxyanat có thể được làm ổn định bằng chất bảo vệ để tránh sự thay đổi theo thời gian. Chất bảo vệ có thể là rượu, phenol hoặc oxim ví dụ như hydroxy acrylat, metanol hoặc butanon oxim, mặc dù không có giới hạn cụ thể.

Tỷ lệ trộn của hợp chất diol, là nguyên liệu thô (d), và polyol, là nguyên liệu thô (b), được chọn một cách thích hợp theo lượng cuối của các đơn vị cấu trúc có công thức A được đưa vào, tuy nhiên hợp chất này được trộn với lượng sao cho nồng độ vòng thơm trong thành phần A cuối sẽ nằm trong khoảng từ 1,0 đến 6,0 mmol/g.

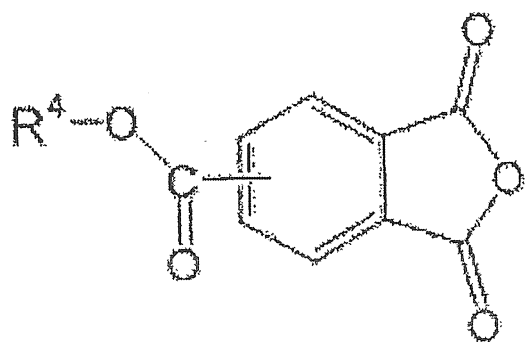
Tỷ lệ trộn hợp chất polyisoxyanat của nguyên liệu thô (c) được thêm vào so với tổng lượng của nguyên liệu thô (b) và nguyên liệu thô (d) được điều chỉnh thích hợp tùy theo trọng lượng phân tử trung bình số lượng cần thiết của hợp chất (A^{1-1}) cần được tạo ra. Tuy nhiên, do hợp chất (A^{1-1}) được tạo ra có nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng, điều kiện cần thiết là số lượng nhóm hydroxyl trong nguyên liệu thô (b) và nguyên liệu thô (d) < số lượng nhóm isoxyanato trong nguyên liệu thô (c).

Khi tổng hợp hợp chất (A^1-1) có nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng, tốt hơn nếu tỷ lệ của số lượng nhóm isoxyanato với số lượng nhóm hydroxyl (số lượng nhóm isoxyanato/số lượng nhóm hydroxyl) được điều chỉnh để lớn hơn hoặc bằng 1,01, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 2,0.

Tốt hơn, nếu trọng lượng phân tử trung bình số lượng của hợp chất (A^1-1) có nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng nằm trong khoảng từ 500 đến 30000, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1000 đến 25000, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1500 đến 20000.

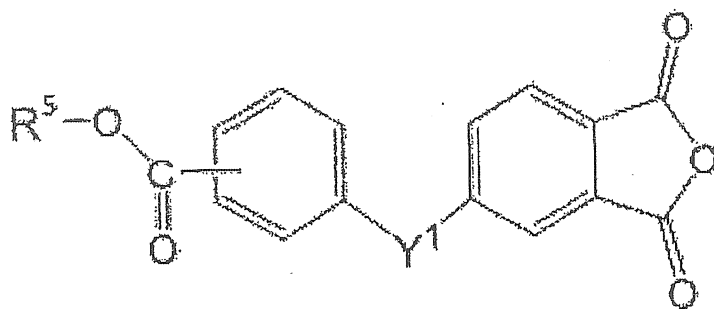
Tiếp theo, trong quy trình (1), hợp chất (A^1-1) có nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng được cho phản ứng với nguyên liệu thô (a), dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit, để tạo ra hợp chất có liên kết uretan và liên kết amit và/hoặc liên kết imit. Khi nguyên liệu thô (a) là dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba có nhóm anhydrit axit, nó có một cặp anhydrit axit và một nhóm carboxyl, và khi nguyên liệu thô (a) là dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit, nó có hai cặp anhydrit axit, hoặc một cặp nhóm anhydrit axit và hai nhóm carboxyl. Nhóm carboxyl có thể tạo ra liên kết este với rượu để tạo thành dẫn xuất. Ở đây, dẫn xuất axit polycarboxylic nghĩa là dẫn xuất của axit polycarboxylic có nhóm anhydrit axit hoặc este của axit carboxylic hoặc chất tương tự của nó.

Không có giới hạn cụ thể về dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba có nhóm anhydrit axit để tạo thành nguyên liệu thô (a), và các ví dụ bao gồm các hợp chất có công thức chung (3) hoặc (4) dưới đây.



(3)

Trong công thức (3), R^4 là nguyên tử hydro, nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm phenyl.



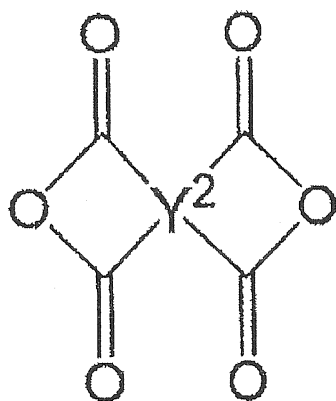
(4)

Trong công thức (4), R^5 là nguyên tử hydro, nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm phenyl, và Y^1 là nhóm $-CH_2-$, $-CO-$, $-SO_2-$, hoặc $-O-$.

Tốt hơn, nếu nhóm R^4 và R^5 trong các công thức trên đây là nguyên tử hydro, và tốt hơn nếu Y^1 là nhóm $-CO-$ hoặc $-O-$.

Anhydrit trimelitic được đặc biệt ưu tiên làm dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba có nhóm anhydrit axit khi tính đến chi phí và yếu tố tương tự.

Cũng không có giới hạn cụ thể về dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit, và các ví dụ bao gồm dianhydrit tetracarboxylic có công thức chung (5) dưới đây. Chúng có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại.



(5)

Trong công thức (5), Y^2 là nhóm hữu cơ hóa trị bốn.

Mặc dù không có giới hạn cụ thể về dianhydrit tetracarboxylic có công thức (5), các ví dụ bao gồm dianhydrit pyromelitic, dianhydrit 3,3',4,4'-benzophenon tetracarboxylic, dianhydrit 2,3,2',3'-benzophenon tetracarboxylic, dianhydrit 2,3,3',4'-benzophenon tetracarboxylic, dianhydrit 3,3',4,4'-diphenyltetracarboxylic, dianhydrit 2,2',3,3'-diphenyltetracarboxylic, dianhydrit 4,4'-oxydiphtalic, dianhydrit 2,2-bis(3,4-dicarboxyphenyl)propan, dianhydrit 2,2-bis(2,3-dicarboxyphenyl)propan, dianhydrit 1,1-bis(2,3-dicarboxyphenyl)etan, dianhydrit 1,1-bis(3,4-dicarboxyphenyl)etan, dianhydrit bis(2,3-dicarboxyphenyl)metan, dianhydrit bis(3,4-dicarboxyphenyl)metan, dianhydrit bis(3,4-dicarboxyphenyl)sulfon, dianhydrit 3,4,9,10-perylen tetracarboxylic, dianhydrit bis(3,4-dicarboxyphenyl)ete, dianhydrit 1,2,5,6-naphtalen tetracarboxylic, dianhydrit 2,3,6,7-naphtalen tetracarboxylic, dianhydrit 1,2,4,5-naphtalen tetracarboxylic, dianhydrit 1,4,5,8-naphtalen tetracarboxylic, dianhydrit phenantren-1,8,9,10-tetracarboxylic, dianhydrit pyrazin-2,3,5,6-tetracarboxylic, dianhydrit thiophen-2,3,4,5-tetracarboxylic, dianhydrit bis(3,4-dicarboxyphenyl)dimetylsilan, dianhydrit bis(3,4-dicarboxyphenyl)diphenylsilan, dianhydrit 1,4-bis(3,4-dicarboxyphenyl dimetylsilyl)benzen, dianhydrit 1,3-bis(3,4-

dicarboxyphenyl)-1,1,3,3-tetrametyldixyclohexan, p-phenylbis(anhydrit trimelitic monoeste), dianhydrit etylen tetracarboxylic, dianhydrit 1,2,3,4-butanetetracarboxylic, dianhydrit decahydronaphtalen-1,4,5,8-tetracarboxylic, dianhydrit 4,8-dimetyl-1,2,3,5,6,7-hexahydronaphtalen-1,2,5,6-tetracarboxylic, dianhydrit xyclopentan-1,2,3,4-tetracarboxylic, dianhydrit pyrrolidin-2,3,4,5-tetracarboxylic, dianhydrit 1,2,3,4-xyclobutantetracarboxylic, bis(anhydrit exobixyclo[2,2,1]heptan-2,3-dicarboxylic)sulfon, dianhydrit bixyclo-(2,2,2)-oct(7)-en-2,3,5,6-tetracarboxylic, dianhydrit 2,2-bis(3,4-dicarboxyphenyl)hexaflopropan, dianhydrit 2,2-bis[4-(3,4-dicarboxyphenoxy)phenyl]hexaflopropan, dianhydrit 4,4'-bis(3,4-dicarboxyphenoxy)diphenylsulfua, 1,4-bis(2-hydroxyhexafloisopropyl)benzenbis(anhydrit trimelitic), 1,3-bis(2-hydroxyhexafloisopropyl)benzenbis(anhydrit trimelitic), anhydrit 5-(2,5-dioxotetrahydrofuryl)-3-metyl-3-xyclohexen-1,2-dicarboxylic, dianhydrit tetrahydrofuran-2,3,4,5-tetracarboxylic, 1,3,3a,4,5,9b-hexahydro-5-(tetrahydro-2,5-dioxo-3-furanyl)naphtho[1,2-c]furan-1,3-dion, và etylen glycol bis(anhydrit trimelitic) (còn được gọi là "etylen glycol bis-anhydro trimelitat" hoặc "TMEG").

Tốt hơn, nếu dianhydrit tetracarboxylic là etylen glycol bis(anhydrit trimelitic) (TMEG), dianhydrit 3,3',4,4'-diphenyl tetracarboxylic (BPDA), dianhydrit pyromelitic (PMDA), dianhydrit 3,3',4,4'-benzophenon tetracarboxylic (BTDA), hoặc dianhydrit 4,4'-oxydiphtalic (ODPA).

Các hợp chất dianhydrit tetracarboxylic này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại.

Không có giới hạn cụ thể về tỷ lệ trộn của hợp chất (A'-1) có nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng và nguyên liệu thô (a) miễn là tỷ lệ này nằm trong

khoảng mà nhờ đó hợp chất được tạo ra cuối cùng có liên kết uretan và liên kết amit và/hoặc liên kết imit.

Trong quy trình 1, hợp chất có liên kết uretan và liên kết amit và/hoặc liên kết imit có thể thu được bằng cách cho hợp chất (A^1-1) phản ứng với nguyên liệu thô (a) cùng với polyisoxyanat không phải là hợp chất (A^1-1) (hợp chất polyisoxyanat này sau đây được gọi là "hợp chất (A^1-2)"). Không có giới hạn cụ thể về hợp chất (A^1-2) miễn là hợp chất polyisoxyanat không phải là hợp chất (A^1-1), và ví dụ, có thể là nguyên liệu thô (c). Chúng có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại. Mặc dù không có giới hạn cụ thể, tốt hơn là tỷ lệ của tổng số lượng nhóm anhydrit axit và nhóm carboxyl trong nguyên liệu thô (a) với tổng số lượng nhóm isoxyanato trong hợp chất A^1-1 và trong hợp chất A^1-2 nằm trong khoảng từ 0,9 : 1,0 đến 1,1 : 1,0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,95 : 1,0 đến 1,05 : 1,0.

Polyisoxyanat có thể được sử dụng kết hợp với hợp chất amin trong phương án này. Hợp chất amin có thể là hợp chất thu được bằng cách chuyển hóa nhóm isoxyanato thành nhóm amino trong quá trình polyisoxyanat hóa nêu trên. Sự chuyển hóa nhóm isoxyanato thành nhóm amino có thể được thực hiện bằng phương pháp đã biết.

Tốt hơn, nếu từ 50 đến 100% khối lượng của tổng lượng của hợp chất (A^1-2) là polyisoxyanat thom. Đặc biệt tốt hơn nếu hợp chất polyisoxyanat thom này là 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, khi tính đến sự cân bằng giữa độ tan, các tính chất cơ học, chi phí, và yếu tố tương tự.

Quy trình (2)

Trong quá trình tổng hợp của quy trình (2), nguyên liệu thô (c),

polyisoxyanat, được cho phản ứng với nguyên liệu thô (a), dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit, để trước tiên là tổng hợp polyisoxyanat có ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit (hợp chất polyisoxyanat này sau đây được gọi là "hợp chất (A^2-1)"), và sau đó hợp chất polyisoxyanat thu được được cho phản ứng với nguyên liệu thô (b), hợp chất polyol được thể hiện bằng ít nhất một trong số các công thức chung (1) và (2), và nguyên liệu thô (d), hợp chất diol có công thức (A_2) và/hoặc (A_3).

Tỷ lệ trộn của hợp chất polyisoxyanat, là nguyên liệu thô (c), và dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit, là nguyên liệu thô (a), được điều chỉnh thích hợp theo trọng lượng phân tử trung bình số lượng cần thiết của hợp chất (A^2-1) cần được tạo ra. Tuy nhiên, do hợp chất (A^2-1) cần được tạo ra có nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng, điều kiện cần thiết là tổng số lượng nhóm anhydrit axit và nhóm carboxyl trong nguyên liệu thô (a) < số lượng nhóm isoxyanato trong nguyên liệu thô (c). Ở đây, số lượng nhóm carboxyl bao gồm số lượng nhóm carboxyl trong trường hợp nhóm R^3 và R^4 là nguyên tử hydro như trong nhóm $-COOR^3$ của hợp chất có công thức (3) và trong nhóm $-COOR^4$ của hợp chất có công thức (4).

Khi tổng hợp hợp chất (A^2-1) có nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng, tốt hơn nếu tỷ lệ của số lượng nhóm isoxyanato với tổng số lượng nhóm anhydrit axit và nhóm carboxyl (số lượng nhóm isoxyanato/tổng số lượng của các nhóm anhydrit axit và nhóm carboxyl) được điều chỉnh để lớn hơn hoặc bằng 1,01 và preferably được điều chỉnh để nhỏ hơn hoặc bằng 2,0.

Tốt hơn, nếu trọng lượng phân tử trung bình số lượng của hợp chất (A^2-1) có nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng nằm trong khoảng từ 500 đến 15000, tốt hơn nữa

là nằm trong khoảng từ 800 đến 10000, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1000 đến 5000.

Tiếp theo, hợp chất (A^2-1) có nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng được cho phản ứng với nguyên liệu thô (b) và nguyên liệu thô (d) để tạo ra hợp chất có liên kết uretan và liên kết amit và/hoặc liên kết imit. Tỷ lệ trộn của hợp chất (A^2-1) với nguyên liệu thô (b) và nguyên liệu thô (d) được chọn tùy theo chỉ số axit và trọng lượng phân tử mong muốn của hợp chất cuối.

Hợp chất polyol có nhóm carboxyl như axit 2,2-dimetylolpropionic hoặc axit 2,2-dimetylolbutanoic có thể được sử dụng cùng nhau khi cho hợp chất (A^2-1) có nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng phản ứng với nguyên liệu thô (b) và nguyên liệu thô (d). Tỷ lệ của tổng số lượng nhóm isoxyanato trong hợp chất A^2-1 với tổng số lượng nhóm hydroxyl bao gồm cả số lượng nhóm hydroxyl trong nguyên liệu b và số lượng nhóm hydroxyl trong hợp chất polyol có nhóm carboxylic như axit 2,2-dimetylolpropionic hoặc axit 2,2-dimetylolbutanoic, mặc dù không có giới hạn cụ thể, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,9 : 1,0 đến 1,1 : 1,0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,95 : 1,0 đến 1,05 : 1,0 khi hợp chất A^2-1 chứa nhóm amit. Ngoài ra, tốt hơn nếu tỷ lệ nêu trên nằm trong khoảng từ 0,9 : 1,0 đến 0,95 : 1,0, hoặc nằm trong khoảng từ 1,0 : 0,95 đến 1,0 : 0,9 khi hợp chất A^2-1 không chứa nhóm amit và, ngoài ra, hợp chất polyol có nhóm carboxyl như axit 2,2-dimetylolpropionic hoặc axit 2,2-dimetylolbutanoic không được sử dụng.

Nguyên liệu thô (b) và nguyên liệu thô (d) giống như nguyên liệu được sử dụng trong quy trình (1) có thể được sử dụng trong quá trình tổng hợp của quy trình (2). Ngoài ra, hợp chất polyol có thể được cho thêm để tạo ra liên kết uretan bằng phản ứng giữa nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng và hợp chất polyol được thêm vào.

Quy trình (3)

Trong quá trình tổng hợp của quy trình (3), nguyên liệu thô (c), polyisoxyanat, được cho phản ứng với nguyên liệu thô (a), dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit, để trước tiên là tổng hợp hợp chất có ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit và có nhóm anhydrit axit và/hoặc nhóm carboxyl ở đầu tận cùng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (A^3-1)").

Tỷ lệ trộn của nguyên liệu thô (c) và nguyên liệu thô (a) được điều chỉnh thích hợp tùy thuộc vào trọng lượng phân tử trung bình số lượng cần thiết của hợp chất (A^3-1) cần được tạo ra. Tuy nhiên, do hợp chất (A^3-1) được tạo ra có nhóm anhydrit axit và/hoặc nhóm carboxyl ở đầu tận cùng, điều kiện cần thiết là tổng số lượng nhóm anhydrit axit và nhóm carboxyl trong nguyên liệu thô (a) > số lượng nhóm isoxyanato trong nguyên liệu thô (c).

Khi tổng hợp hợp chất (A^3-1) có nhóm anhydrit axit và/hoặc nhóm carboxyl ở đầu tận cùng, tốt hơn nếu tỷ lệ của tổng số lượng nhóm anhydrit axit và nhóm carboxyl với số lượng nhóm isoxyanato (tổng số lượng của các nhóm anhydrit axit và nhóm carboxyl/số lượng nhóm isoxyanato) được điều chỉnh để lớn hơn hoặc bằng 1,01, và tốt hơn là được điều chỉnh để nhỏ hơn hoặc bằng 2,0.

Tốt hơn, nếu trọng lượng phân tử trung bình số lượng của hợp chất (A^3-1) có nhóm anhydrit axit và/hoặc nhóm carboxyl ở đầu tận cùng nằm trong khoảng từ 500 đến 15000, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 800 đến 10000, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1000 đến 5000.

Tiếp theo, hợp chất (A^3-1) có nhóm anhydrit axit và/hoặc nhóm carboxyl ở đầu tận cùng được cho phản ứng với nguyên liệu thô (b) và nguyên liệu thô (d) để

thu được hợp chất có liên kết uretan và liên kết amit và/hoặc liên kết imit. Tỷ lệ của tổng số lượng nhóm anhydrit axit trong hợp chất A³-1 với số lượng nhóm hydroxyl trong nguyên liệu b, mặc dù không có giới hạn cụ thể, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,9 : 1,0 đến 1,1 : 1,0, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,95 : 1,0 đến 1,05 : 1,0. Các nguyên liệu từ (a) đến (d) giống như các nguyên liệu được sử dụng trong quá trình tổng hợp của quy trình (1) có thể được sử dụng làm các nguyên liệu từ a) đến (d) trong quá trình tổng hợp của quy trình (3).

Quy trình trong đó hợp chất có nhóm isoxyanato ở đầu tận cùng thu được trong phản ứng thứ nhất (nghĩa là quy trình (1) và quy trình (2)) là được ưu tiên theo quan điểm cải thiện độ bền hóa học và đặc tính điện, và việc kiểm soát các nhóm chức như chỉ số axit.

Các phản ứng của các nguyên liệu trong quy trình từ (1) đến (3) có thể được tiến hành bằng cách gia nhiệt các nguyên liệu với sự có mặt của dung môi hữu cơ, tốt hơn nếu là dung môi phân cực không chứa nitơ.

Dung môi phân cực không chứa nitơ được chọn, ví dụ, từ các dung môi trên cơ sở ete như dietylen glycol dimetyl ete, dietylen glycol dietyl ete, trietylen glycol dimetyl ete, và trietylen glycol dietyl ete; các dung môi chứa lưu huỳnh như dimetyl sulfoxit, dietyl sulfoxit, dimetyl sulfon và sulfolan; dung môi trên cơ sở este như γ -butyrolacton và xenlosolve axetat; các dung môi trên cơ sở keton như xyclohexanon và metyl etyl keton; và các dung môi trên cơ sở hydrocacbon thơm như toluen và xylen. Chúng có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại.

Trong số các dung môi, dung môi trong đó nhựa cần được tạo ra có khả năng hòa tan được ưu tiên chọn và sử dụng. Ngoài ra, dung môi thích hợp để sử dụng

trực tiếp làm dung môi cho chế phẩm nhựa rắn nhiệt sau khi tổng hợp được ưu tiên sử dụng. Trong số các dung môi nêu trên, γ -butyrolacton hoặc dung môi hỗn hợp chứa γ -butyrolacton được ưu tiên sử dụng để tiến hành phản ứng có hiệu quả trong hệ đồng nhất.

Tốt hơn, nếu lượng dung môi được sử dụng để tổng hợp thành phần (A) nằm trong khoảng từ 80 đến 500 phần khối lượng so với tổng lượng của các nguyên liệu để tổng hợp mỗi hợp chất trong số các hợp chất (A'-1), (B'-1) và (C'-1) là 100 phần khối lượng. Độ nhớt trong quá trình tổng hợp không trở nên quá cao, quá trình tổng hợp không trở nên khó khăn do không khuấy được, và tốc độ phản ứng không bị giảm đáng kể khi lượng nêu trên nằm trong khoảng từ 80 đến 500 phần khối lượng so với tổng lượng của các nguyên liệu là 100 phần khối lượng. Do đó lượng nêu trên là có lợi.

Tốt hơn, nếu nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 70 đến 210°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 75 đến 190°C, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 80 đến 180°C. Thời gian phản ứng có xu hướng trở nên quá dài khi nhiệt độ thấp hơn 70°C, và sự gel hóa có xu hướng xuất hiện trong quá trình phản ứng khi nhiệt độ nêu trên cao hơn 210°C. Thời gian phản ứng có thể được chọn thích hợp theo thể tích của bình phản ứng và các điều kiện phản ứng được sử dụng.

Nếu cần, phản ứng có thể được tiến hành với sự có mặt của chất xúc tác như amin bậc ba, kim loại như kim loại kiềm, kim loại kiềm thổ, thiếc, kẽm, titan hoặc coban, và hợp chất nửa kim loại. Hợp chất 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU), 4-dimethylaminopyridin, và hợp chất tương tự có thể được sử dụng làm chất xúc tác, nhưng việc sử dụng chất xúc tác không nhất thiết bắt buộc.

Nguyên liệu thô (c), polyisoxyanat, có thể được cho thêm tiếp ở thời điểm

các sản phẩm (A) và (B) phản ứng với nguyên liệu thô (a), hoặc các sản phẩm (C) và (D) phản ứng với nguyên liệu thô (b), hợp chất polyol, và nguyên liệu thô (d) theo các mục đích như điều chỉnh trọng lượng phân tử hoặc điều chỉnh chỉ số axit.

Trong bản mô tả này, trọng lượng phân tử trung bình số lượng nghĩa là giá trị được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm gel (gel permeation chromatography: GPC) và được tính bằng cách sử dụng đường cong hiệu chỉnh đối với chất chuẩn polystyren. Trọng lượng phân tử trung bình số lượng, trọng lượng phân tử trung bình khối lượng, và mức độ phân tán được xác định như sau:

(a) Trọng lượng phân tử trung bình số lượng (M_n)

$$M_n = \sum(N_i M_i) / \sum N_i = \sum X_i M_i$$

$$X_i = \text{tỷ lệ mol của các phân tử của trọng lượng phân tử } M_i = N_i / \sum N_i$$

(b) Trọng lượng phân tử trung bình khối lượng (M_w)

$$M_w = \sum(N_i M_i^2) / \sum N_i M_i = \sum W_i M_i$$

$$W_i = \text{tỷ lệ khối lượng của các phân tử của trọng lượng phân tử } M_i = N_i M_i / \sum N_i M_i$$

(c) Sự phân bố trọng lượng phân tử (mức độ phân tán)

$$\text{Mức độ phân tán} = M_w / M_n$$

Trong bản mô tả này, các điều kiện xác định của phương pháp GPC là như sau, trừ khi được đề cập theo cách khác:

Tên máy: thiết bị HPLC HSS-2000, được sản xuất bởi

JASCO Corp.

Cột: Cột Shodex® LF-804 x 3 cột

(được bố trí nối tiếp)

Pha động: Tetrahydrofuran

Tốc độ dòng:	1,0 ml/phút
Thiết bị phát hiện:	RI-2031 Plus, được sản xuất bởi JASCO Corp.
Nhiệt độ:	40,0 °C
Thể tích mẫu:	Vòng mẫu 100 µL
Nồng độ mẫu:	Được điều chỉnh đến khoảng 0,1% khối lượng

Tốt hơn, nếu chỉ số axit của thành phần (A) nằm trong khoảng từ 10 đến 50 mgKOH/g, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 35 mgKOH/g, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15 đến 30 mgKOH/g. Tốt hơn, nếu chỉ số axit của thành phần (A) nằm trong khoảng từ 10 đến 50 mgKOH/g do sự cong vênh không trở nên quá lớn, có thể thu được sự hóa rắn đủ, và sự giảm khả năng chịu được biến đổi của thời tiết, khả năng chịu uốn, và đặc tính tương tự có thể được ngăn ngừa khi chỉ số axit nằm trong khoảng nêu trên. Chỉ số axit có thể được điều chỉnh bằng lượng nhóm carboxyl được tạo ra bởi phản ứng.

Chỉ số axit của thành phần (A) có thể được xác định bằng phương pháp sau. Trước tiên, khoảng 1g dung dịch chứa thành phần (A) được cân chính xác, sau đó 30g dung môi hỗn hợp của rượu isopropyllic/ toluen = 1/2 (tỷ lệ khối lượng) được cho thêm vào và hỗn hợp được hòa tan đồng nhất. Lượng thích hợp của phenolphthalein được cho thêm vào dung dịch thu được làm chất chỉ thị, và sự chuẩn độ được tiến hành bằng cách sử dụng dung dịch KOH 0,1N (trong rượu). Chỉ số axit được tính dựa trên kết quả chuẩn độ theo công thức sau (α):

$$A = 10 \times V_f \times 56,1 / (W_p \times I) \cdots \cdots \text{công thức } (\alpha)$$

Trong công thức (α), A là chỉ số axit (mgKOH/g), V_f là thể tích chuẩn độ (ml) của dung dịch KOH 0,1N, W_p là khối lượng (g) của dung dịch chứa thành phần (A), và I là tỷ lệ (% khối lượng) của dung môi không hay hơi trong dung dịch chứa thành

phần (A).

Tốt hơn, nếu trọng lượng phân tử trung bình số lượng của thành phần (A) thu được nằm trong khoảng từ 5000 đến 65000, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 6000 đến 40000, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 7000 đến 25000. Trọng lượng phân tử trung bình số lượng nằm trong khoảng từ 5000 đến 65000 là có lợi do sự giảm khả năng chịu được thời tiết hoặc độ bền hóa học có thể được ngăn ngừa và nhờ đó độ tan trong dung môi phân cực không chứa nitơ có thể được duy trì.

Thành phần (B), là thành phần chính của chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế, được giải thích dưới đây.

Chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế còn chứa chất hóa rắn có khả năng hóa rắn thành phần (A). Chất hóa rắn là hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm chức có khả năng phản ứng với nhóm chức trong thành phần (A). Khi thành phần (A) có nhóm bất kỳ trong số nhóm carboxyl, nhóm hydroxyl, nhóm anhydrit axit, nhóm isoxyanato, nhóm amit hoặc nhóm amino, tốt hơn nếu chất hóa rắn, là thành phần (B), có nhiều nhóm epoxy, nhóm isoxyanato, nhóm hydroxyl, hoặc nhóm carboxyl có khả năng phản ứng với các nhóm chức này.

Hợp chất chứa nhóm epoxy được sử dụng làm chất hóa rắn có thể là một hoặc nhiều hợp chất có một hoặc nhiều nhóm epoxy trong một phân tử, và tốt hơn nếu là hợp chất có hai hoặc nhiều các nhóm epoxy trong một phân tử. Khi hợp chất có hai hoặc nhiều các nhóm epoxy trong một phân tử có mặt, hợp chất này có thể được sử dụng một mình, hoặc hợp chất có một nhóm epoxy trong một phân tử có thể được chứa cùng với hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm epoxy trong một phân tử.

Ví dụ cụ thể về các hợp chất chứa nhóm epoxy được sử dụng làm chất hóa

rắn bao gồm các nhựa epoxy loại novolac, ví dụ như nhựa epoxy loại phenol novolac và nhựa epoxy loại ortho-cresol novolac, thu được bằng cách epoxy hóa nhựa novolac thu được bằng cách ngưng tụ hoặc đồng ngưng tụ phenol, cresol, xylenol, resorxin, catechol hoặc phenol và/hoặc naphtol như α -naphtol, β -naphtol hoặc dihydroxynaphtalen với hợp chất chứa nhóm aldehyt như formaldehyt, axetaldehyt, propionaldehyt, benzaldehyt hoặc salicylaldehyt với sự có mặt của chất xúc tác axit,

các ete diglycidyl của bisphenol A, bisphenol F, bisphenol S, biphenol không được thế hoặc được thế bằng alkyl hoặc phenol trên cơ sở stilben (hợp chất epoxy loại bisphenol A, hợp chất epoxy loại bisphenol F, hợp chất epoxy loại bisphenol S, hợp chất epoxy loại biphenyl, hợp chất epoxy trên cơ sở stilben),

các ete glycidyl của rượu như butandiol, polyetylen glycol hoặc polypropylen glycol,

các nhựa epoxy loại este glycidyl của axit carboxylic như axit phtalic, axit isophtalic hoặc axit tetrahydrophtalic,

các nhựa epoxy loại glycidyl hoặc loại metylglycidyl như các nhựa thu được bằng cách thế hydro có hoạt tính được liên kết với nguyên tử nitơ của anilin, bis(4-aminophenyl)metan, axit isoxyanuric, và hợp chất tương tự bằng nhóm glycidyl,

các nhựa epoxy loại glycidyl hoặc loại metylglycidyl như các nhựa thu được bằng cách thế hydro có hoạt tính được liên kết với nguyên tử nitơ của aminophenol như p-aminophenol và hydro có hoạt tính trong nhóm phenol hydroxyl bằng nhóm glycidyl,

các nhựa epoxy vòng béo thu được bằng cách epoxy hóa liên kết olefin trong phân tử như vinyl xyclohexen diepoxit, 3,4-epoxyxyclohexylmetyl-3,4-

epoxyxyclohexan carboxylat, và 2-(3,4-epoxy)xyclohexyl-5,5-spiro(3,4-epoxy)xyclohexan-m-dioxan,

các ete glyxidyl của nhựa phenol được cải biến bằng para-xylylen và/hoặc meta-xylylen,

các ete glyxidyl của nhựa phenol được cải biến bằng terpen,

các ete glyxidyl của nhựa phenol được cải biến bằng dixyclopentadien,

các ete glyxidyl của nhựa phenol được cải biến bằng xyclopentadien,

các ete glyxidyl của nhựa phenol được cải biến bằng vòng thơm có nhiều vòng,

các ete glyxidyl của nhựa phenol chứa vòng naphtalen,

các nhựa epoxy loại phenol novolac được halogen hóa,

các nhựa epoxy loại hydroquinon,

các nhựa epoxy loại trimetylolpropan,

các nhựa epoxy béo mạch thẳng thu được bằng cách oxy hóa liên kết olefin bằng axit peroxy như axit peraxetic,

các nhựa epoxy loại diphenylmetan,

các sản phẩm epoxy hóa của nhựa phenol loại aralkyl như nhựa phenol aralkyl hoặc nhựa naphtol aralkyl,

các nhựa epoxy chứa nguyên tử lưu huỳnh,

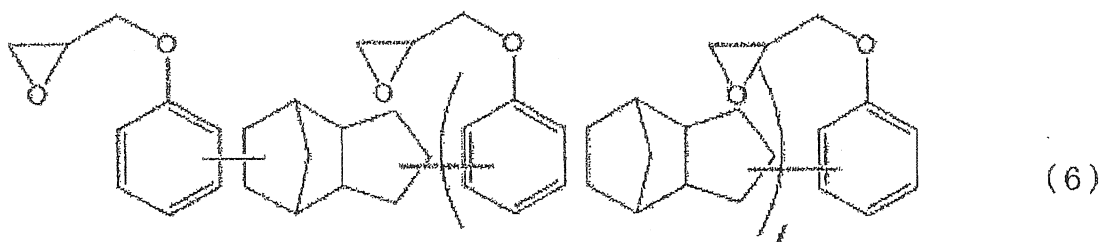
các ete glyxidyl của trixyclo[5,2,1,0^{2,6}]decandimetanol, và

các nhựa epoxy có cấu trúc adamantan như 1,3-bis(1-adamantyl)-4,6-bis(glyxidyloyl)benzen, 1-[2',4'-bis(glyxidyloyl)phenyl]adamantan, 1,3-bis(4'-glyxidyloylphenyl)adamantan và 1,3-bis[2',4'-bis(glyxidyloyl)phenyl]adamantan.

Hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm epoxy trong một phân tử và có cấu trúc

vòng thơm và/hoặc cấu trúc vòng béo là được ưu tiên làm hợp chất có hai hoặc nhiều các nhóm epoxy trong một phân tử.

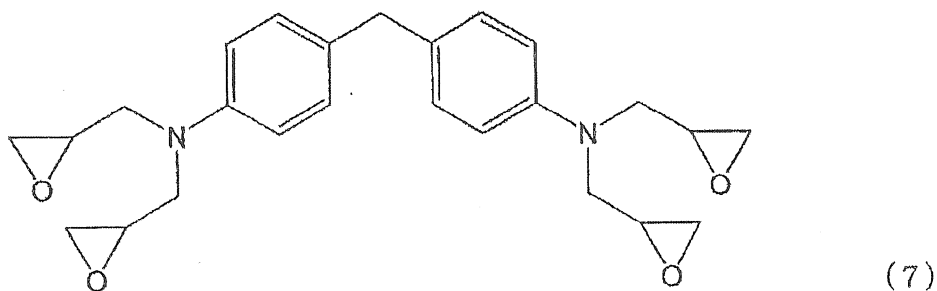
Khi tính đến đặc tính cách điện trong thời gian dài của màng hóa rắn theo sáng chế được mô tả sau đây, các hợp chất có cấu trúc trixyclodecan và cấu trúc vòng thơm và hai hoặc nhiều nhóm epoxy như các ete glycidyl của nhựa phenol được cải biến bằng dicyclopentadien (nghĩa là các hợp chất có cấu trúc trixyclo[5,2,1,0^{2,6}]decan và cấu trúc vòng thơm và hai hoặc nhiều nhóm epoxy), và các nhựa epoxy có cấu trúc adamantan như 1,3-bis(1-adamantyl)-4,6-bis(glycidyl)benzen, 1-[2',4'-bis(glycidyl)phenyl]adamantan, 1,3-bis(4'-glycidyl phenyl)adamantan và 1,3-bis[2',4'-bis(glycidyl)phenyl]adamantan (nghĩa là các hợp chất có cấu trúc trixyclo[3,3,1,1^{3,7}]decan và cấu trúc vòng thơm và hai hoặc nhiều nhóm epoxy) là được ưu tiên, trong số các hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm epoxy trong một phân tử và cấu trúc vòng thơm và/hoặc cấu trúc vòng béo, khi tính đến sự tạo ra các sản phẩm hóa rắn có mức độ hấp thụ nước thấp. Các hợp chất có công thức (6) dưới đây được đặc biệt ưu tiên.



Trong công thức (6), l là số nguyên dương.

Khi tính đến khả năng phản ứng với thành phần (A), các hợp chất có nhóm amino và cấu trúc vòng thơm và hai hoặc nhiều nhóm epoxy như các nhựa epoxy loại glycidyl hoặc loại metylglycidyl như các nhựa epoxy thu được bằng cách thế

hydro có hoạt tính được liên kết với nguyên tử nitơ của anilin hoặc bis(4-aminophenyl)metan bằng nhóm glycidyl, và các nhựa epoxy loại glycidyl hoặc loại methylglycidyl như các nhựa epoxy thu được bằng cách thế hydro có hoạt tính được liên kết với nguyên tử nitơ và hydro có hoạt tính trong nhóm phenol hydroxyl của các hợp chất aminophenol như p-aminophenol bằng nhóm glycidyl là được ưu tiên trong số các hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm epoxy trong một phân tử và cấu trúc vòng thơm và/hoặc cấu trúc vòng béo. Các hợp chất có công thức (7) dưới đây được đặc biệt ưu tiên.



Ngoài ra, ví dụ về các hợp chất có có nhiều nhóm isoxyanato, nghĩa là các hợp chất polyisoxyanat, được sử dụng làm chất hóa rắn bao gồm các hợp chất diisoxyanat, triisoxyanat, và các hợp chất isoxyanat có bốn chức hoặc cao hơn. Khi tính đến sự thay đổi theo thời gian xuất hiện khi trộn lẫn thành phần (A) với chất hóa rắn, tốt hơn nếu các hợp chất polyisoxyanat trong đó (các) nhóm isoxyanato được làm ổn định bằng chất bảo vệ được sử dụng. Chúng có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại.

Mặc dù không có giới hạn cụ thể, chất bảo vệ có thể là rượu, phenol, oxim, hoặc chất tương tự. Các ví dụ về hợp chất isoxyanat được bảo vệ bao gồm "DURANATE 17B-60PX, TPA-B80E, MF-B60X, MF-K60X, E402-B80T" là các

sản phẩm của Asahi Kasei Chemicals Corp., "Karenz MOI-BM, MOI-BP" là các sản phẩm của Showa Denko K.K., và "BL-3175, BL-4165, Desmocap 11, Desmocap-12" là các sản phẩm của công ty Sumika Bayer Urethane Co., Ltd. Tốt hơn, nếu hợp chất isoxyanat được bảo vệ được chọn theo nhiệt độ rắn nhiệt của thành phần (A), và đặc biệt tốt hơn nếu BL-3175 được sử dụng trong trường hợp nhiệt độ hóa rắn thấp.

Không có giới hạn cụ thể về hợp chất chứa nhóm hydroxyl được sử dụng làm chất hóa rắn, miễn là hợp chất này là một hoặc nhiều hợp chất có nhóm hydroxyl trong một phân tử, trong đó ít nhất một hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm hydroxyl trong một phân tử.

Hợp chất chứa nhóm hydroxyl được sử dụng làm chất hóa rắn có thể là các rượu polyhydric và chất tương tự, và các ví dụ cụ thể bao gồm etylen glycol, glycerin, butandiol, và pentaerytritol.

Không có giới hạn cụ thể về hợp chất chứa nhóm carboxyl được sử dụng làm chất hóa rắn, miễn là hợp chất này là một hoặc nhiều hợp chất có nhóm carboxyl trong một phân tử, trong đó ít nhất một hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm carboxyl trong một phân tử.

Hợp chất chứa nhóm carboxyl được sử dụng làm chất hóa rắn có thể là các axit carboxylic đa hóa trị và axit tương tự, và các ví dụ cụ thể bao gồm axit phtalic, axit succinic, axit trimelitic, axit adipic, và axit pyromelitic.

Hợp chất chứa nhóm epoxy, hợp chất polyisoxyanat, hợp chất chứa nhóm hydroxyl, và hợp chất chứa nhóm carboxyl có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp làm chất hóa rắn, và có thể được chọn theo các nhóm có khả năng phản ứng trong thành phần (A). Ví dụ, tốt hơn nếu hợp chất isoxyanat được bảo vệ

được sử dụng khi thành phần (A) có nhóm hydroxyl, và tốt hơn nếu hợp chất chứa nhóm epoxy được sử dụng khi thành phần (A) có nhóm carboxyl hoặc nhóm amino. Chất hóa rắn không chỉ giới hạn ở hợp chất chứa nhóm epoxy, hợp chất polyisoxyanat, hợp chất chứa nhóm hydroxyl, và hợp chất chứa nhóm carboxyl, miễn là hợp chất này có khả năng phản ứng với nhóm có khả năng phản ứng trong thành phần (A).

Lượng của thành phần (B) trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế nằm trong khoảng từ 1 đến 55% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 45% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2,5 đến 30% khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) trong chế phẩm có thể hóa rắn. Có lợi nếu lượng thành phần (B) trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế nằm trong khoảng từ 1 đến 55% khối lượng so với tổng khối lượng của thành phần (A) và thành phần (B) trong chế phẩm có thể hóa rắn, theo quan điểm về độ bền với dung môi của màng hóa rắn của sáng chế được mô tả sau đây. Ngoài ra, đặc tính cong vênh thấp, độ tin cậy về sự cách điện tốt, và sự ngăn ngừa hiện tượng đứt dây nối của bảng nối dây mềm khác biệt bởi bảng này được phủ bằng màng có thể hóa rắn, màng này có thể được cân bằng tốt khi lượng thành phần (B) nằm trong khoảng nêu trên.

Lượng của thành phần (A) trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế nằm trong khoảng từ 45 đến 99% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 55 đến 98% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70 đến 97,5% khối lượng, so với tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) trong chế phẩm có thể hóa rắn. Có lợi nếu lượng thành phần (A) trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế nằm trong khoảng từ 45 đến 99% khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A)

và thành phần (B) trong chế phẩm có thể hóa rắn, theo quan điểm về độ bền với dung môi của màng hóa rắn của sáng chế được mô tả sau đây. Ngoài ra, đặc tính cong vênh thấp và sự ngăn ngừa hiện tượng đứt dây nối của bảng nối dây mềm khác biệt bởi bảng này được phủ bằng màng có thể hóa rắn của sáng chế, màng này có thể được cân bằng tốt khi lượng thành phần (A) nằm trong khoảng nêu trên.

Tiếp theo, thành phần (C) là thành phần chính của chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế được giải thích dưới đây.

Không có giới hạn cụ thể về dung môi hữu cơ được sử dụng làm thành phần (C) miễn là thành phần (A) và thành phần (B) có thể được hòa tan trong đó, và các ví dụ bao gồm các dung môi trên cơ sở ete như dietylen glycol dimetyl ete, dietylen glycol dietyl ete, dietylen glycol etyl metyl ete, dietylen glycol dibutyl ete, dietylen glycol butyl metyl ete, dietylen glycol isopropyl metyl ete, trietylen glycol dimetyl ete, trietylen glycol butyl metyl ete, tetraetylen glycol dimetyl ete, dipropylen glycol dimetyl ete, và tripropylen glycol dimetyl ete,

các dung môi trên cơ sở este như etylen glycol monometyl ete axetat, etylen glycol monoetyl ete axetat, propylen glycol monometyl ete axetat, propylen glycol monoetyl ete axetat, dipropylen glycol monometyl ete axetat, dipropylen glycol monoetyl ete axetat, dietylen glycol monoetyl ete axetat, dietylen glycol monometyl ete axetat, metyl metoxypropionat, etyl metoxypropionat, metyl etoxypropionat, etyl etoxypropionat, và γ -butyrolacton,

dung môi trên cơ sở hydrocacbon như decahydronaphtalen,

dung môi trên cơ sở keton như xyclohexanon, và

dung môi trên cơ sở hydrocacbon thơm như toluen và xylen. Các dung môi này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại.

Trong số các dung môi nêu trên, γ -butyrolacton, dietylen glycol dietyl ete, dietylen glycol monoetyl ete axetat, và dietylen glycol monometyl ete axetat được ưu tiên, γ -butyrolacton, dietylen glycol monoetyl ete axetat, và dietylen glycol dietyl ete được ưu tiên hơn nữa, và dung môi đơn của γ -butyrolacton, dung môi kép của γ -butyrolacton và dietylen glycol monoetyl ete axetat, dung môi kép của γ -butyrolacton và dietylen glycol dietyl ete, và dung môi ba thành phần của γ -butyrolacton, dietylen glycol monoetyl ete axetat và dietylen glycol dietyl ete được ưu tiên nhất, khi tính đến sự cân bằng giữa đặc tính in lưới và tính dễ bay hơi của dung môi hữu cơ. Các hỗn hợp được ưu tiên của các dung môi này là có lợi do chúng là dung môi rất tốt trong mực in lưới.

Ngoài ra, có thể và được ưu tiên khi tính đến quy trình sử dụng trực tiếp dung môi để tổng hợp thành phần (A) được nêu trên đây làm một phần của các dung môi hữu cơ được ưu tiên này của chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế.

Tốt hơn, nếu hàm lượng của thành phần (C) trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế nằm trong khoảng từ 25 đến 75 phần khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 35 đến 65 phần khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B), thành phần (C), và thành phần (D) được mô tả sau đây (so với tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B) và thành phần (C) khi thành phần (D) không có mặt trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế), là các thành phần của chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế. Khi hàm lượng của thành phần (C) nằm trong khoảng từ 25 đến 75 phần khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B), thành phần (C), và chất độn được mô tả sau đây (so với tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B) và thành phần (C) khi chất độn này không có mặt trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế), là các thành phần của chế phẩm

có thể hóa rắn theo sáng chế, độ nhớt của chế phẩm có thể hóa rắn là có lợi để in lưới và sự phân bố của chế phẩm có thể hóa rắn do mức độ chảy lan sau khi in lưới không trở nên quá lớn. Do đó, diện tích thực tế được in bằng chế phẩm có thể hóa rắn không trở nên quá lớn so với diện tích mà chế phẩm có thể hóa rắn cần được phủ (nghĩa là hình dạng của bản in).

Tốt hơn, nếu thành phần (C) có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng của thành phần (A) trong chế phẩm có thể hóa rắn.

Ngoài ra, tốt hơn nếu chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế chứa ít nhất một loại hạt mịn được chọn từ nhóm bao gồm hạt mịn vô cơ và hạt mịn hữu cơ, là thành phần (D).

Các ví dụ về hạt mịn vô cơ bao gồm silic oxit (SiO_2), nhôm oxit (Al_2O_3), titan oxit (TiO_2), tantan oxit (Ta_2O_5), ziricon oxit (ZrO_2), silic nitrit (Si_3N_4), bari titanat ($\text{BaO} \cdot \text{TiO}_2$), bari cacbonat (BaCO_3), chì titanat ($\text{PbO} \cdot \text{TiO}_2$), chì ziriconat titanat (PZT), chì lantan ziriconat titanat (PLZT), gali oxit (Ga_2O_3), spinel ($\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$), mulit ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), cordierit ($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$), đá talc ($3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), nhôm titanat ($\text{TiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$), ziricon oxit chứa ytri oxit ($\text{Y}_2\text{O}_3 \cdot \text{ZrO}_2$), bari silicat ($\text{BaO} \cdot 8\text{SiO}_2$), boro nitrua (BN), canxi cacbonat (CaCO_3), canxi sulfat (CaSO_4), kẽm oxit (ZnO), magie titanat ($\text{MgO} \cdot \text{TiO}_2$), bari sulfat (BaSO_4), bentonit hữu cơ, cacbon (C), và hydrotalxit. Chúng có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại.

Các hạt mịn là nhựa chịu nhiệt có liên kết amit, liên kết imit, liên kết este hoặc liên kết ete được ưu tiên làm hạt mịn hữu cơ. Nhựa polyimit hoặc tiền chất của nó, nhựa polyamit-imit hoặc tiền chất của nó, và nhựa polyamit là được ưu tiên

làm các nhựa nêu trên, theo quan điểm về tính chịu nhiệt và các tính chất cơ học. Chúng có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại.

Tốt hơn, nếu thành phần (D) chứa ít nhất một loại hạt mịn được chọn từ các hạt mịn silic oxit và các hạt mịn hydrotalxit trong số các hạt mịn nêu trên.

Các hạt mịn silic oxit được sử dụng trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế được xác định là bao gồm các hạt mịn được phủ về mặt vật lý bằng bột hoặc được xử lý bề mặt về mặt hóa học bằng hợp chất hữu cơ.

Không có giới hạn cụ thể về các hạt silic oxit được sử dụng trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế, miễn là chúng phân tán trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế để tạo ra bột nhão, và có thể là sản phẩm Aerosil được cung cấp, ví dụ từ công ty Nippon Aerosil Co., Ltd.

Các hạt mịn silic oxit này, ví dụ như Aerosil có thể được sử dụng để tạo ra đặc tính in ở thời điểm in lưới, và các hạt mịn silic oxit được sử dụng để tạo ra đặc tính sol-gel thuận nghịch trong trường hợp như vậy.

Hydrotalxit là một loại khoáng vật đất sét được tạo ra trong tự nhiên, ví dụ như $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{16}\text{CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ và khoáng vật tương tự, và là hợp chất vô cơ dạng lớp. Hydrotalxit cũng có thể là sản phẩm tổng hợp, và hydrotalxit này là hợp chất dạng lớp-Mg/Al và có thể cố định các ion clorua (Cl^-) và/hoặc các ion sulfat (SO_4^{4-}), là các ion âm, nhờ sự trao đổi ion với các nhóm axit cacbonic có mặt giữa các lớp. Bằng cách sử dụng chức năng này, nó có thể được sử dụng theo cách có lợi để giữ lại các ion clorua (Cl^-) và các ion sulfat (SO_4^{4-}) là các ion gây ra sự di chuyển của dòng và thiếc để cải thiện độ tin cậy về sự cách điện.

Ví dụ về các sản phẩm hydrotalxit có bán trên thị trường bao gồm STABIACE HT-1, STABIACE HT-7 và STABIACE HT-P từ công ty Sakai

Chemical Industry Co., Ltd., và DHT-4A, DHT-4A2 và DHT-4C từ công ty Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.

Tốt hơn, nếu các hạt mịn vô cơ và/hoặc hạt mịn hữu cơ này có cỡ hạt trung bình nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10 μ m, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 μ m.

Lượng trộn của thành phần (D) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 60% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,3 đến 55% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 40% khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B), thành phần (C) và thành phần (D). Khi lượng trộn của thành phần (D) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 60% khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B), thành phần (C) và thành phần (D), độ nhót của chế phẩm có thể hóa rắn là có lợi cho việc in lưới và sự phân bố chế phẩm có thể hóa rắn do mức độ chảy lan sau khi in lưới không trở nên quá lớn. Do đó, diện tích thực tế được in bằng chế phẩm có thể hóa rắn không trở nên quá lớn so với diện tích mà chế phẩm có thể hóa rắn cần được phủ (nghĩa là hình dạng của bản in).

Ngoài ra, tốt hơn nếu thành phần (D) có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng thành phần (A) trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế.

Các phương pháp như phương pháp ngào trộn bằng cách sử dụng trục cán, phương pháp trộn bằng cách sử dụng máy trộn, và phương pháp tương tự thường được thực hiện trong lĩnh vực kỹ thuật tạo lớp phủ và nhờ đó mức độ phân tán đủ có thể được tiến hành làm phương pháp phân tán thành phần (D) trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế.

Chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế có thể còn chứa và tốt hơn là còn

chứa chất khử bọt để ngăn ngừa hoặc ức chế sự tạo bọt ở thời điểm in.

Các ví dụ cụ thể về chất khử bọt được sử dụng trong chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế bao gồm các chất khử bọt trên cơ sở silicon như BYK-077 (được sản xuất bởi công ty BYK Chemie Japan K.K.), SN-DEFOAMER 470 (được sản xuất bởi công ty San Nopco Ltd.), TSA750S (được sản xuất bởi công ty Momentive Performance Materials), và dầu silicon SH-203 (được sản xuất bởi công ty Dow Corning Toray Co., Ltd.),

các chất khử bọt trên cơ sở polyme acrylic như DAPPO SN-348 (được sản xuất bởi công ty San Nopco Ltd.), DAPPO SN-354 (được sản xuất bởi công ty San Nopco Ltd.), DAPPO SN-368 (được sản xuất bởi San Nopco Ltd.), và DISPARLON 230HF (được sản xuất bởi công ty Kusumoto Chemicals, Ltd.),

các chất khử bọt trên cơ sở axetylen diol như Surfynol DF-110D (được sản xuất bởi công ty Nisshin Chemical Industry Co., Ltd.) và Surfynol DF-37 (được sản xuất bởi công ty Nisshin Chemical Industry Co., Ltd.), và

các chất khử bọt trên cơ sở silicon chứa flo như FA-630. Chúng có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại.

Tốt hơn, nếu hàm lượng của chất khử bọt nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5 phần khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 4 phần khối lượng, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3 phần khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B), thành phần (C) và thành phần (D) (tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B) và thành phần (C) khi thành phần (D) không có mặt) bằng 100 phần khối lượng.

Ngoài ra, tốt hơn nếu chất khử bọt có mặt trong chế phẩm có thể hóa rắn với lượng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 10 phần khối lượng so với 100 phần khối lượng

thành phần (A).

Chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế có thể còn chứa và tốt hơn là còn chứa chất xúc tiến hóa rắn. Không có giới hạn cụ thể về chất xúc tiến hóa rắn, miễn là chất này là hợp chất xúc tiến phản ứng giữa nhóm epoxy và nhóm carboxyl. Các ví dụ bao gồm các hợp chất trên cơ sở triazin như melamin, axetoguanamin, benzoguanamin, 2,4-diamino-6-metacryloyloxyetyl-S-triazin, 2,4-metacryloyloxyetyl-s-triazin, 2,4-diamino-6-vinyl-s-triazin, và sản phẩm cộng 2,4-diamino-6-vinyl-s-triazin·axit isoxyanuric,

các hợp chất imidazol như imidazol, 2-metylimidazol, 2-etyl-4-metylimidazol, 2-phenylimidazol, 2-undexylimidazol, 2-heptadexylimidazol, 1-benzyl-2-metylimidazol, 2-phenyl-4-metylimidazol, 1-xyanoetyl-2-metylimidazol, 1-xyanoetyl-2-etyl-4-metylimidazol, 1-aminoetyl-2-etyl-4-metylimidazol, 1-aminoetyl-2-metylimidazol, 1-(xyanoetylaminoetyl)-2-metylimidazol, N-[2-(2-metyl-1-imidazolyl)etyl]ure, 1-xyanoetyl-2-undexylimidazol, 1-xyanoetyl-2-metylimidazoli trimelitat, 1-xyanoetyl-2-phenylimidazoli trimelitat, 1-xyanoetyl-2-etyl-4-metylimidazoli trimelitat, 1-xyanoetyl-2-undexylimidazoli trimelitat, 2,4-diamino-6-[2'-metylimidazolyl-(1')]-etyl-s-triazin, 2,4-diamino-6-[2'-undexylimidazolyl-(1')]-etyl-s-triazin, 2,4-diamino-6-[2'-etyl-4'-metylimidazolyl-(1')]-etyl-s-triazin, 1-dodexyl-2-metyl-3-benzylimidazoli clorua, N,N'-bis(2-metyl-1-imidazolyletyl)ure, N,N'-bis(2-metyl-1-imidazolyletyl)adipamit, 2-phenyl-4-metyl-5-hydroxymetylimidazol, 2-phenyl-4,5-dihydroxymetylimidazol, sản phẩm cộng 2-metylimidazol·axit isoxyanuric, sản phẩm cộng 2-phenylimidazol·axit isoxyanuric, sản phẩm cộng 2,4-diamino-6-[2'-metylimidazolyl-(1')]-etyl-s-triazin·axit isoxyanuric, 2-metyl-4-formylimidazol, 2-etyl-4-metyl-5-

formylimidazol, 2-phenyl-4-metylformylimidazol, 1-benzyl-2-phenylimidazol, 1,2-dimetylimidazol, 1-(2-hydroxyetyl)imidazol, vinyl imidazol, 1-metylimidazol, 1-allylimidazol, 2-etylimidazol, 2-butyylimidazol, 2-butyl-5-hydroxymetylimidazol, 2,3-dihydro-1H-pyrol[1,2-a]benzimidazol, 1-benzyl-2-phenylimidazol hydrobromua, và 1-dodexyl-2-metyl-3-benzylimidazoli clorua,

các hợp chất xycloamidin và dẫn xuất của chúng như các hợp chất diazabixycloalken như 1,5-diazabixyclo(4.3.0)nonen-5 và các muối của nó và 1,8-diazabixyclo(5.4.0)undexen-7 và các muối của nó,

các hợp chất trên cơ sở amin như trietylendiamin, benzyldimetylamin, trietanolamin, dimetylamin etanol, và tris(dimetylaminometyl)phenol,

các hợp chất trên cơ sở phosphin như triphenylphosphin, diphenyl(p-tolyl)phosphin, tris(alkylphenyl)phosphin, tris(alkoxyphenyl)phosphin, tris(alkyl·alkoxyphenyl)phosphin, tris(diaralkylphenyl)phosphin, tris(trialkylphenyl)phosphin, tris(tetraalkylphenyl)phosphin, tris(dialkoxypheyl)phosphin, tris(trialkoxypheyl)phosphin, tris(tetraalkoxypheyl)phosphin, trialkylphosphin, dialkylarylphosphin, và alkyl diarylphosphin, và

dixyan diazit.

Các chất xúc tiến hóa rắn này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều loại.

Trong số các chất xúc tiến hóa rắn này, melamin, các hợp chất imidazol, các hợp chất xycloamidin, dẫn xuất của các hợp chất xycloamidin, các hợp chất trên cơ sở phosphin và các hợp chất trên cơ sở amin là được ưu tiên khi tính đến sự cân bằng về hiệu quả xúc tiến hóa rắn và tính năng cách điện. Melamin, 1,5-

diazabixyclo(4.3.0)nonen-5 và các muối của nó, và 1,8-diazabixyclo(5.4.0)undexen-7 và các muối của nó được ưu tiên hơn nữa.

Không có giới hạn cụ thể về lượng trộn của chất xúc tiến hóa rắn này, miễn là đạt được hiệu quả xúc tiến hóa rắn. Tuy nhiên, theo quan điểm về đặc tính hóa rắn của chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế và đặc tính cách điện và tính chịu nước của màng phủ chống thu được bằng cách hóa rắn chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế, tốt hơn nếu chất xúc tiến hóa rắn được thêm vào với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5 phần khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3 phần khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) là các thành phần chính của chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế bằng 100 phần khối lượng. Khi chất xúc tiến hóa rắn được thêm vào với lượng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5 phần khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) bằng 100 phần khối lượng, sự hóa rắn có thể được thực hiện trong khoảng thời gian ngắn và màng phủ chống thu được bằng cách hóa rắn chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế có đặc tính cách điện và tính chịu nước tốt.

Khi cần ngăn ngừa sự giảm chất lượng do quá trình oxy hóa của nhựa và sự biến màu khi gia nhiệt của nhựa, các chất chống oxy hóa như chất chống oxy hóa trên cơ sở phenol, chất chống oxy hóa trên cơ sở phosphit, và chất chống oxy hóa trên cơ sở thioete có thể được cho thêm vào chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế.

Ngoài ra, chất làm đều, chất tạo màu như thuốc nhuộm và chất màu, chất làm chậm ngọn lửa, và chất làm trơn có thể được cho thêm để chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế nhằm mục đích cải thiện khả năng gia công ở thời điểm sử dụng và đặc tính màng trước và sau khi tạo màng.

Không có giới hạn cụ thể về phương pháp tạo rat chế phẩm có thể hóa rắn

theo sáng chế, miễn là thành phần (A), thành phần (B) và thành phần (C), và các thành phần khác, nếu cần, được hòa tan hoặc phân tán trong dung môi hữu cơ. Ví dụ, chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế có thể được tạo ra bằng cách điều chế thành phần chính chứa ít nhất là thành phần (A) và chất hóa rắn chứa ít nhất là thành phần (B), và sau đó trộn thành phần chính với chất hóa rắn.

Tốt hơn, nếu chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế có chỉ số sol-gel thuận nghịch ở nhiệt độ 25°C lớn hơn hoặc bằng 1,1, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,1 đến 3,0, đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,1 đến 2,5 để thu được đặc tính in lưới tốt và ngăn ngừa chế phẩm có thể hóa rắn chảy sau khi in chế phẩm này làm cho độ dày của màng trở nên không đều. Có thể đạt được chỉ số sol-gel thuận nghịch ở nhiệt độ 25°C lớn hơn hoặc bằng 1,1, ví dụ, bằng cách điều chỉnh chỉ số sol-gel thuận nghịch bằng cách các sử dụng hạt mịn vô cơ hoặc hạt mịn hữu cơ, hoặc bằng cách điều chỉnh chỉ số sol-gel thuận nghịch bằng cách sử dụng chất phụ gia polyme, và phương pháp trong đó chỉ số sol-gel thuận nghịch được điều chỉnh bằng cách sử dụng hạt mịn vô cơ và hạt mịn hữu cơ là được ưu tiên.

Thuật ngữ "chỉ số sol-gel thuận nghịch" được sử dụng trong bản mô tả này được định nghĩa là tỷ lệ của độ nhớt ở nhiệt độ 25°C với tốc độ quay bằng 1 vòng/phút và độ nhớt ở nhiệt độ 25°C với tốc độ quay bằng 10 vòng/phút được xác định bằng cách sử dụng nhớt kế dạng nón/đĩa (sản phẩm của Brookfield, model: DV-II+Pro, số hiệu model của trực chính: CPE-52).

Khi cần ngăn ngừa sự giảm chỉ số axit và sự biến màu của nhựa cần được ngăn ngừa, các chất chống oxy hóa như chất chống oxy hóa trên cơ sở phenol, chất chống oxy hóa trên cơ sở phosphit, và chất chống oxy hóa trên cơ sở thioete có thể được cho thêm vào chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế.

Ngoài ra, chất làm đều, chất tạo màu như thuốc nhuộm và chất màu, chất làm chậm ngọn lửa, và chất làm trơn có thể được cho thêm để chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế nhằm mục đích cải thiện khả năng gia công ở thời điểm sử dụng và đặc tính màng trước và sau khi tạo màng.

Tốt hơn, nếu chế phẩm có thể hóa rắn có độ nhớt ở nhiệt độ 25°C được xác định bằng cách sử dụng nhớt kế kiểu quay nằm trong khoảng từ 20 Pa·s đến 80 Pa·s, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30 Pa·s đến 50 Pa·s. Chế phẩm này có xu hướng chảy lan rộng sau khi in và độ dày màng có xu hướng giảm đi khi độ nhớt nêu trên thấp hơn 20 Pa·s, và lượng chuyển chế phẩm này đến nền có xu hướng giảm đi và các khoảng trống và lỗ rỗng có xu hướng tăng lên trong màng in khi độ nhớt nêu trên cao hơn 80 Pa·s.

Tiếp theo, màng hóa rắn theo sáng chế, màng phủ chồng theo sáng chế, bảng nối dây mềm và phương pháp sản xuất bảng nối dây mềm được giải thích.

Màng hóa rắn theo sáng chế chứa sản phẩm hóa rắn có thể thu được bằng cách hóa rắn chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế. Ngoài ra, linh kiện điện tử của sáng chế có màng hóa rắn.

Màng phủ chồng theo sáng chế là màng phủ chồng cho bảng nối dây mềm và chứa sản phẩm hóa rắn của chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế, cụ thể hơn là màng phủ chồng cho bảng nối dây mềm, trong đó sản phẩm hóa rắn chứa chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế được tạo ra trên một phần hoặc toàn bộ bề mặt có sự nối dây của bảng nối dây mềm được tạo ra, và trong đó sự nối dây được tạo ra trên nền mềm dẻo.

Ngoài ra, bảng nối dây mềm theo sáng chế là bảng nối dây mềm, trong đó một phần hoặc toàn bộ bề mặt có sự nối dây của bảng nối dây mềm được tạo ra, và

trong đó sự nổi dây được tạo ra trên nền mềm dẻo, được phủ bằng màng phủ chống.

Tốt hơn, nếu sự nổi dây được phủ bằng màng phủ chống là sự nổi dây đồng được mạ thiếc khi tính đến việc ngăn ngừa hiện tượng oxy hóa của phần nổi dây và khi tính đến chi phí.

Phương pháp sản xuất bảng nổi dây mềm theo sáng chế là phương pháp sản xuất bảng nổi dây mềm được phủ bằng màng phủ chống, phương pháp này bao gồm bước 1' và bước 2' được mô tả dưới đây.

bước (1'): in chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế lên ít nhất một phần của kiểu nổi dây của bảng nổi dây mềm để tạo ra màng in trên kiểu nổi dây này.

bước (2'): gia nhiệt màng in thu được trong bước 1' ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100 đến 170°C, màng in mà một phần dung môi đã được loại bỏ ra khỏi đó thu được bằng cách cho màng in thu được trong bước 1' vào môi trường ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C để làm bay hơi một phần dung môi được chứa trong màng in, hoặc màng in mà toàn bộ dung môi đã được loại bỏ ra khỏi đó thu được bằng cách cho màng in thu được trong bước 1' vào môi trường ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C để làm bay hơi toàn bộ lượng dung môi được chứa trong màng in, để hóa rắn màng này để thu được màng phủ chống.

Chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế có thể được sử dụng, ví dụ, làm mực dùng cho màng phủ chống để bảo vệ sự cách điện của dây nổi. Sản phẩm hóa rắn của sáng chế có thể được sử dụng làm màng phủ chống để bảo vệ sự cách điện. Cụ thể, sản phẩm hóa rắn của sáng chế có thể được sử dụng làm màng phủ chống để bảo vệ sự cách điện của dây nổi bằng cách phủ một phần hoặc toàn bộ sự nổi dây trên bảng nổi dây mềm, ví dụ như chip trên màng (chip on film: COF).

Các bước cụ thể được thực hiện trong phương pháp sản xuất bảng nổi dây

mềm theo sáng chế được mô tả dưới đây. Màng phủ chống có thể được tạo ra trên bảng nối dây mềm, ví dụ, bằng bước (1) và bước 3, và nếu cần bước (2) được mô tả dưới đây.

Bước (1): in chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế lên ít nhất một phần của kiểu nối dây của bảng nối dây mềm để tạo ra màng in trên kiểu nối dây này.

Bước (2): cho màng in thu được trong bước (1) vào môi trường ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C để làm bay hơi một phần hoặc toàn bộ dung môi được chứa trong màng in này.

Bước (3): gia nhiệt màng in thu được trong bước (1) hoặc màng in thu được trong bước (2) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100 đến 170 °C để hóa rắn màng này để thu được màng phủ chống.

Nhiệt độ để làm bay hơi trọng bước (2) dung môi trong màng in thu được trong bước (1) bằng cách cho màng in này vào môi trường ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C, thường là ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70 đến 90°C khi tính đến tốc độ bay hơi của dung môi và sự chuyển nhanh đến công đoạn tiếp theo (công đoạn hóa rắn màng in bằng cách gia nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100 đến 170°C). Không có giới hạn cụ thể về thời gian để làm bay hơi dung môi trong màng in trong bước (2) bằng cách cho màng in thu được trong bước (1) vào môi trường ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C, nhưng tốt hơn là thời gian này nằm trong khoảng từ 10 đến 120 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 100 phút.

Công đoạn làm bay hơi dung môi trong màng in thu được trong bước (1) bằng cách cho màng in vào môi trường ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến

100°C được thực hiện tùy theo nhu cầu. Cũng có thể chuyển bước 3 lên ngay sau bước (1) và gia nhiệt màng in ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100 đến 170°C để hóa rắn màng này để thu được màng phủ chống để thực hiện phản ứng hóa rắn và loại bỏ dung môi đồng thời. Liên quan đến các điều kiện rắn nhiệt được thực hiện ở đây, tốt hơn nếu nhiệt độ rắn nhiệt nằm trong khoảng từ 105 đến 160°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 110 đến 150°C theo quan điểm về việc ngăn ngừa sự khuếch tán của lớp được mạ và thu được đặc tính cong vênh thấp và tính dễ uốn thích hợp làm màng bảo vệ. Mặc dù không có giới hạn cụ thể về thời gian rắn nhiệt để hóa rắn màng in bằng nhiệt để thu được màng phủ chống, tốt hơn là thời gian này nằm trong khoảng 10 đến 150 phút, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15 đến 120 phút.

Có thể thu được bảng nổi dây mềm, trong đó một phần hoặc toàn bộ bề mặt có sự nổi dây của bảng nổi dây mềm được tạo ra, và trong đó sự nổi dây được tạo ra trên nền mềm dẻo, được phủ bằng màng phủ chống bằng phương pháp nêu trên.

Ngoài ra, chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế, trong đó các thành phần tùy ý nêu trên có thể được thêm vào và được trộn đồng nhất, nếu cần, hữu ích để dùng làm vật liệu tạo màng, mực phủ chống dùng cho thiết bị bán dẫn và các linh kiện điện tử khác nhau, mực bảo vệ mối hàn vảy và màng ngăn cách giữa các lớp, và có thể được sử dụng làm vật liệu phủ, chất phủ, keo, và vật liệu tương tự.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được giải thích chi tiết thêm dựa vào các ví dụ sau đây. Tuy nhiên, phạm vi của sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ này.

Xác định chỉ số axit

Chỉ số axit của dung dịch chứa thành phần (A) được sử dụng trong sáng chế được xác định bằng phương pháp được mô tả dưới đây, và chỉ số axit của thành phần (A) được tính bằng cách sử dụng công thức (α). Dung môi có chỉ số axit bằng "0" được sử dụng trong dung dịch.

Khoảng 1g dung dịch chứa thành phần (A) được cân chính xác, sau đó 30g dung môi hỗn hợp của rượu isopropylic/ toluen = 1/2 (tỷ lệ khối lượng) được cho thêm vào và hỗn hợp này được hòa tan đồng nhất. Lượng thích hợp của phenolphthalein được cho thêm vào dung dịch thu được làm chất chỉ thị, và sự chuẩn độ được tiến hành bằng cách sử dụng dung dịch KOH 0,1N (trong rượu). Chỉ số axit được tính dựa trên kết quả chuẩn độ theo công thức sau (α):

$$A = 10 \times V_f \times 56,1 / (W_p \times I) \dots\dots \text{công thức } (\alpha)$$

Trong công thức (α), A là chỉ số axit (mgKOH/g), V_f là thể tích chuẩn độ (ml) của dung dịch KOH 0,1N, W_p là khối lượng (g) của dung dịch chứa thành phần (A), và I là tỷ lệ (% khối lượng) của thành phần (A) trong dung dịch chứa thành phần (A).

Xác định chỉ số hydroxyl

Chỉ số hydroxyl được xác định theo phương pháp JIS K0070.

Xác định trọng lượng phân tử trung bình số lượng

Trọng lượng phân tử trung bình số lượng là trọng lượng phân tử trung bình số lượng tính theo polystyren được xác định bằng phương pháp GPC, và các điều kiện xác định của phương pháp GPC là như sau:

Tên máy:	thiết bị HPLC HSS-2000, được sản xuất bởi JASCO Corp.
Cột:	Cột Shodex® LF-804 x 3 cột (được bố trí nối tiếp)

Pha động:	Tetrahydrofuran
Tốc độ dòng:	1,0 ml/phút
Thiết bị phát hiện:	RI-2031 Plus, được sản xuất bởi JASCO Corp.
Nhiệt độ:	40,0°C
Thể tích mẫu:	vòng mẫu 100 μ l
Nồng độ mẫu:	được điều chỉnh đến khoảng 0,1% khối lượng

Xác định chỉ số sol-gel thuận nghịch

Chỉ số sol-gel thuận nghịch của chế phẩm có thể hóa rắn được xác định bằng phương pháp sau.

Bằng cách sử dụng 0,8g chế phẩm có thể hóa rắn, độ nhớt được xác định sau khi bắt đầu đo 7 phút ở nhiệt độ 25,0°C và tốc độ quay bằng 10 vòng/phút bằng cách sử dụng nhớt kế kiểu nón/đĩa (được sản xuất bởi Brookfield, model: DV-II+Pro, số hiệu model của trục chính: CPE-52). Sau đó, độ nhớt được xác định sau khi bắt đầu đo 7 phút ở nhiệt độ 25,0°C và với tốc độ quay bằng 1 vòng/phút.

Chỉ số sol-gel thuận nghịch được tính như sau:

Tính chỉ số sol-gel thuận nghịch:

$$\text{Chỉ số sol-gel thuận nghịch} = \frac{[\text{độ nhớt ở tốc độ quay 1 vòng/phút}]}{[\text{độ nhớt ở tốc độ quay 10 vòng/phút}]}$$

Tổng hợp polyeste polyol

Ví dụ tổng hợp tham chiếu 1 <Polyeste diol (α)>

1684,6g (11,56mol) anhydrit phtalic và 1484,5g (12,55mol) 1,6-hexandiol được cho vào bình phản ứng có trang bị thiết bị khuấy, nhiệt kế và bộ ngưng tụ có thiết bị chung cất, nhiệt độ bên trong bình phản ứng được tăng lên 140°C bằng cách sử dụng bể dầu, và việc khuấy được tiếp tục trong 4 giờ. Sau đó, trong khi tiếp tục

khuấy, 2,96g mono-n-butyltin oxit được thêm vào, nhiệt độ bên trong bình phản ứng được tăng dần, bơm chân không được nối với bình phản ứng để làm giảm dần áp suất bên trong bình phản ứng, và nước được loại bỏ ra khỏi bình phản ứng bằng cách chưng cất dưới áp suất giảm. Cuối cùng, nhiệt độ bên trong được tăng lên 220°C và áp suất được giảm đến 133,32 Pa. Phản ứng được kết thúc sau 15 giờ khi khẳng định được rằng không còn nước được chưng cất thêm. Polyeste polyol thu được (sau đây "Polyeste diol (α)") có cấu trúc của công thức (1) nêu trên, và $n = 1$ nằm trong khoảng từ 20. Chỉ số hydroxyl được xác định bằng 35,4 mg-KOH/g.

Tổng hợp thành phần (A)

Ví dụ tổng hợp 1 <Dung dịch A-1>

270,7 phần khối lượng dianhydrit 3,3',4,4'-benzophenontetracarboxylic (BTDA) làm dianhydrit tetracarboxylic, và 964,4 phần khối lượng γ -butyrolacton làm dung môi được cho vào bình phản ứng có 4 cổ được trang bị thiết bị khuấy, ống làm nguội, ống nạp nitơ và nhiệt kế, và hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ 120°C để hòa tan BTDA. 142,6 phần khối lượng 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat (MDI) được cho thêm vào làm hợp chất diisoxyanat và được khuấy tiếp, sau đó 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 3 giờ ở nhiệt độ 120°C trong dòng khí nitơ. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được prepolymer chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 30% khối lượng.

Sau đó, prepolymer chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng thu được có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 30% khối lượng được gia nhiệt đến nhiệt độ 100°C và được khuấy, tiếp đó 950,8 phần khối lượng polyeste diol (α), 82,7 phần

khối lượng 9,9-bis[4-(2-hydroxyetoxy)phenyl]floreon (được sản xuất bởi công ty Osaka Gas Chemicals Co., Ltd., tên sản phẩm: BPEF) và 1200,5 phần khối lượng γ -butyrolacton được cho thêm vào và hỗn hợp này được khuấy tiếp. 2,4 phần khối lượng 4-dimethylaminopyridin (DMAP) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 8 giờ ở nhiệt độ 100°C. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa hợp chất có liên kết imit và nhóm hydroxyl và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (A-1)"). Hợp chất (A-1) có trọng lượng phân tử trung bình số lượng bằng 15000, mức độ phân tán bằng 4,0, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 25 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm được tính từ tỷ lệ nạp nguyên liệu bằng 5,0 mmol/g.

Ví dụ tổng hợp 2 <Dung dịch A-2>

270,7 phần khối lượng dianhydrit 3,3',4,4'-benzophenontetracarboxylic (BTDA) làm dianhydrit tetracarboxylic, và 964,4 phần khối lượng γ -butyrolacton làm dung môi được cho vào bình phản ứng có 4 cổ được trang bị thiết bị khuấy, ống làm nguội, ống nạp nitơ và nhiệt kế, và hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ 120°C để hòa tan BTDA. 142,6 phần khối lượng 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat (MDI) được cho thêm vào làm hợp chất diisoxyanat và hỗn hợp này được khuấy tiếp, sau đó 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 3 giờ ở nhiệt độ 120 °C trong dòng khí nitơ. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được prepolymer imit chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 30% khối lượng.

Tiếp đó, prepolymer imit chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng thu được

có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 30% khối lượng được gia nhiệt đến nhiệt độ 100°C và được khuấy, sau đó 950,8 phần khối lượng polyeste polyol trên cơ sở 3-metyl-1,5-pentandiol : axit isophtalic (được sản xuất bởi công ty Kuraray, tên sản phẩm: Kuraray Polyol P-3030 (*)), 82,7 phần khối lượng 9,9-bis[4-(2-hydroxyetoxy)phenyl]florene (được sản xuất bởi công ty Osaka Gas Chemicals Co., Ltd., tên sản phẩm: BPEF) và 1200,5 phần khối lượng γ -butyrolacton được cho thêm vào và hỗn hợp này được khuấy tiếp. 2,4 phần khối lượng 4-dimethylaminopyridin (DMAP) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 8 giờ ở nhiệt độ 100°C. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa hợp chất có liên kết imit và nhóm hydroxyl và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (A-2)"). Hợp chất (A-2) có trọng lượng phân tử trung bình số lượng bằng 15000, mức độ phân tán bằng 4,0, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 25 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm bằng 5,0 mmol/g.

(* Polyeste polyol có cấu trúc của công thức (1) nêu trên, trong đó n nằm trong khoảng từ 12,0 đến 12,1 khi tính trung bình).

Ví dụ tổng hợp 3 <Dung dịch A-3>

270,7 phần khối lượng dianhydrit 3,3',4,4'-benzophenontetracarboxylic (BTDA) làm dianhydrit tetracarboxylic, và 863,2 phần khối lượng γ -butyrolacton làm dung môi được cho vào bình phản ứng có 4 cổ được trang bị thiết bị khuấy, ống làm nguội, ống nạp nitơ và nhiệt kế, và hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ 120°C để hòa tan BTDA. 99,3 phần khối lượng COSMONATE T-80 (được sản xuất bởi công ty Mitsui Chemicals Polyurethanes, Inc.), là hỗn hợp của 2,4-tolylene

diisoxyanat và 2,6-tolylen diisoxyanat (TDI) có tỷ lệ khối lượng bằng 80 : 20, được cho thêm vào làm hợp chất diisoxyanat và hỗn hợp được khuấy tiếp, sau đó 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 3 giờ ở nhiệt độ 120°C trong dòng khí nitơ. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được prepolymer imit chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 30% khối lượng.

Sau đó, prepolymer imit chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng thu được có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 30% khối lượng được gia nhiệt đến nhiệt độ 100°C và được khuấy, sau đó 950,8 phần khối lượng polyeste diol (α), 82,7 phần khối lượng 9,9-bis[4-(2-hydroxyetoxy)phenyl]florene (được sản xuất bởi công ty Osaka Gas Chemicals Co., Ltd., tên sản phẩm: BPEF) và 1239,4 phần khối lượng γ -butyrolacton được cho thêm vào và hỗn hợp này được khuấy tiếp. 2,4 phần khối lượng 4-dimethylaminopyridin (DMAP) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 8 giờ ở nhiệt độ 100°C. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa hợp chất có liên kết imit và nhóm hydroxyl và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (A-3)"). Hợp chất (A-3) có trọng lượng phân tử trung bình số lượng bằng 15000, mức độ phân tán bằng 4,0, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 26 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm bằng 4,8 mmol/g.

Ví dụ tổng hợp 4 <Dung dịch A-4 >

270,7 phần khối lượng dianhydrit 3,3',4,4'-benzophenontetracarboxylic (BTDA) làm dianhydrit tetracarboxylic, và 863,2 phần khối lượng γ -butyrolacton

làm dung môi được cho vào bình phản ứng có 4 cổ được trang bị thiết bị khuấy, ống làm nguội, ống nạp nitơ và nhiệt kế, và hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ 120°C để hòa tan BTDA. 99,3 phần khối lượng COSMONATE T-80 (được sản xuất bởi công ty Mitsui Chemicals Polyurethanes, Inc.), là hỗn hợp của 2,4-tolylene diisoxyanat và 2,6-tolylene diisoxyanat (TDI) có tỷ lệ khối lượng bằng 80 : 20, được cho thêm vào làm hợp chất diisoxyanat và hỗn hợp này được khuấy tiếp, sau đó 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 3 giờ ở nhiệt độ 120°C trong dòng khí nitơ. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được prepolymer imit chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 30% khối lượng.

Sau đó, prepolymer imit chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng thu được có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 30% khối lượng được gia nhiệt đến nhiệt độ 100°C và hỗn hợp này được khuấy, tiếp đó 950,8 phần khối lượng polyester polyol trên cơ sở 3-metyl-1,5-pentandiol : axit isophtalic (được sản xuất bởi công ty Kuraray, tên sản phẩm: Kuraray Polyol P-3030), 82,7 phần khối lượng 9,9-bis[4-(2-hydroxyetoxy)phenyl]florene (được sản xuất bởi công ty Osaka Gas Chemicals Co., Ltd., tên sản phẩm: BPEF) và 1239,4 phần khối lượng γ -butyrolacton được cho thêm vào và hỗn hợp này được khuấy tiếp. 2,4 phần khối lượng 4-dimetylaminopyridin (DMAP) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 8 giờ ở nhiệt độ 100°C. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa hợp chất có liên kết imit và nhóm hydroxyl và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (A-4)"). Hợp chất (A-4) có trọng

lượng phân tử trung bình số lượng bằng 15000, mức độ phân tán bằng 4,0, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 26 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm bằng 4,8 mmol/g.

Ví dụ tổng hợp 5 <Dung dịch A-5>

567,4g (0,1mol) polyeste diol (α) và 34,65g (0,08mol) 9,9-bis[4-(2-hydroxyetoxy)phenyl]florene (được sản xuất bởi công ty Osaka Gas Chemicals Co., Ltd., tên sản phẩm: BPEF) được cho vào bình phản ứng có trang bị thiết bị khuấy, nhiệt kế và thiết bị ngưng tụ, và 53,65g (0,214mol) MILLIONATE MT (được sản xuất bởi công ty Nippon Polyurethane Industry Co., Ltd.), là hợp chất 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, 24,89g (0,143mol) COSMONATE T-80 (được sản xuất bởi công ty Mitsui Chemicals Polyurethanes, Inc.), là hỗn hợp của 2,4-tolylene diisoxyanat và 2,6-tolylene diisoxyanat với tỷ lệ khối lượng bằng 80 : 20, và 1021g γ -butyrolacton được cho thêm vào đó. Tất cả các nguyên liệu được hòa tan ở nhiệt độ 150°C, 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 4 giờ để thu được polyisoxyanat có liên kết uretan.

Sau đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến nhiệt độ 60°C, 63,71g (0,332mol) anhydrit trimelitic được thêm vào đó và được hòa tan hoàn toàn trong dung dịch này, sau đó 23,00g (0,092mol) MILLIONATE MT, 10,67g (0,061mol) COSMONATE T-80, và 146,07g γ -butyrolacton được thêm vào, tất cả các nguyên liệu được hòa tan bằng cách tăng nhiệt độ đến 120°C, và phản ứng được tiến hành trong 1 giờ.

Sau đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được tăng lên 180°C và phản ứng được tiến hành trong 2 giờ ở nhiệt độ 180°C. Tiếp đó, nhiệt độ của dung dịch phản

ứng được giảm đến 120°C, 5,61g 2-butanon oxim (được sản xuất bởi công ty Wako Junyaku K.K.) được thêm vào đó để kết thúc phản ứng, và sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa hợp chất có liên kết amit và liên kết imit và nhóm carboxyl, và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (A-5)").

Hợp chất (A-5) thu được có trọng lượng phân tử trung bình số lượng bằng 10500, mức độ phân tán bằng 3,1, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 24 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm bằng 4,7 mmol/g.

Ví dụ tổng hợp 6 <Dung dịch A-6>

567,4g (0,1mol) polyeste polyol trên cơ sở 3-metyl-1,5-pentandiol : axit isophtalic (được sản xuất bởi công ty Kuraray, tên sản phẩm: Kuraray Polyol P-3030) và 34,65g (0,08mol) 9,9-bis[4-(2-hydroxyetoxy)phenyl]florene (được sản xuất bởi công ty Osaka Gas Chemicals Co., Ltd., tên sản phẩm: BPEF) được cho vào bình phản ứng có trang bị thiết bị khuấy, nhiệt kế và thiết bị ngưng tụ, và 53,65g (0,214mol) MILLIONATE MT (được sản xuất bởi công ty Nippon Polyurethane Industry Co., Ltd.), là hợp chất 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, 24,89g (0,143mol) COSMONATE T-80 (được sản xuất bởi công ty Mitsui Chemicals Polyurethanes, Inc.), là hỗn hợp của 2,4-tolylene diisoxyanat và 2,6-tolylene diisoxyanat với tỷ lệ khối lượng bằng 80 : 20, và 1021g γ -butyrolacton được cho thêm vào đó. Tất cả các nguyên liệu được hòa tan ở nhiệt độ 150°C, 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 4 giờ để thu được polyisoxyanat có liên kết uretan.

Sau đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 60°C, 63,71g (0,332mol) anhydrit trimelitic được thêm vào đó và được hòa tan hoàn toàn trong

dung dịch này, tiếp đó 23,00g (0,092mol) MILLIONATE MT, 10,67g (0,061mol) COSMONATE T-80, và 146,07g γ -butyrolacton được thêm vào, tất cả các nguyên liệu được hòa tan bằng cách tăng nhiệt độ đến 120°C, và phản ứng được tiến hành trong 1 giờ.

Sau đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được tăng lên 180°C và phản ứng được tiến hành trong 2 giờ ở nhiệt độ 180°C. Tiếp đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 120°C, 5,61g 2-butanon oxim (được sản xuất bởi công ty Wako Junyaku K.K.) được thêm vào đó để kết thúc phản ứng, và sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa hợp chất có liên kết amit và liên kết imit và nhóm carboxyl, và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (A-6)").

Hợp chất (A-6) thu được có trọng lượng phân tử trung bình số lượng bằng 10500, mức độ phân tán bằng 3,1, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 24 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm bằng 4,7 mmol/g.

Ví dụ tổng hợp 7 <Dung dịch A-7>

369,85g (0,117mol) polyeste diol (α), 25,58g (0,058mol) 9,9-bis[4-(2-hydroxyetoxy)phenyl]florene (được sản xuất bởi công ty Osaka Gas Chemicals Co., Ltd., tên sản phẩm: BPEF), 91,70g (0,350mol) Desmodur-W (được sản xuất bởi công ty Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.), là hợp chất 4,4'-dixyclohexylmetan diisoxyanat, và 730,6g γ -butyrolacton (được sản xuất bởi công ty Mitsubishi Chemical Corp.), làm dung môi, được đưa vào bình phản ứng có trang bị thiết bị khuấy, nhiệt kế và thiết bị ngưng tụ. Tất cả các nguyên liệu được hòa tan ở nhiệt độ 150°C, 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 4 giờ để thu được

polyisoxyanat có liên kết uretan.

Sau đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 80°C, 45,85g (0,175mol) Desmodur W, 33,60g (0,175mol) anhydrit trimelitic (được sản xuất bởi công ty Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc.), và 119,18g γ -butyrolacton (được sản xuất bởi công ty Mitsubishi Chemical Corp.) được thêm vào, tất cả các nguyên liệu được hòa tan bằng cách tăng nhiệt độ đến 150°C, và phản ứng được tiến hành trong 3 giờ.

Nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 80°C, 16,40g (0,158mol) neopentyl glycol (được sản xuất bởi công ty Kanto Chemical Co., Inc.), hợp chất này là diol, được thêm vào, nhiệt độ được tăng lên 120°C để hòa tan toàn bộ nguyên liệu, và phản ứng được tiến hành trong 4 giờ. Sau đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 80°C, 9,67g (0,105mol) glyxerin (được sản xuất bởi công ty Kanto Chemical Co., Inc.), sản phẩm này là triol, và 39,10g γ -butyrolacton (được sản xuất bởi công ty Mitsubishi Chemical Corp.) được thêm vào, và nhiệt độ được tăng lên 110°C để cho phản ứng diễn ra. Phản ứng được tiến hành trong khi khẳng định sự có mặt của các nhóm isoxyanato trong dung dịch phản ứng bằng phương pháp đo IR, và phản ứng được kết thúc khi không còn các nhóm isoxyanato được khẳng định trong hệ thống. Sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa hợp chất có nhóm hydroxyl, liên kết amit và liên kết imit và nhóm hydroxyl, và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (A-7)").

Hợp chất (A-7) thu được có trọng lượng phân tử trung bình số lượng bằng 10000, mức độ phân tán bằng 4,3, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 15 mgKOH/g, chỉ số hydroxyl bằng 10 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm bằng 3,3

mmol/g.

Ví dụ tổng hợp 8 <Dung dịch A-8>.

270,7 phần khối lượng dianhydrit 3,3',4,4'-benzophenontetracarboxylic (BTDA) làm dianhydrit tetracarboxylic, và 964,4 phần khối lượng γ -butyrolacton làm dung môi được cho vào bình phản ứng có 4 cổ được trang bị thiết bị khuấy, ống làm nguội, ống nạp nitơ và nhiệt kế, và hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ 120°C để hòa tan BTDA. 142,6 phần khối lượng 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat (MDI) được cho thêm vào làm hợp chất diisoxyanat và được khuấy tiếp, sau đó 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 3 giờ ở nhiệt độ 120°C trong dòng khí nitơ. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được prepolymer imit chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 30% khối lượng.

Sau đó, prepolymer imit chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng thu được có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 30% khối lượng được gia nhiệt đến 100°C và được khuấy, sau đó 950,8 phần khối lượng polycacbonat polyol trên cơ sở 3-metyl-1,5-pentandiol : 1,6-hexandiol (được sản xuất bởi công ty Kuraray, tên sản phẩm: Kuraray Polyol C-3090 (*)), 82,7 phần khối lượng 9,9-bis[4-(2-hydroxyetoxy)phenyl]florene (được sản xuất bởi công ty Osaka Gas Chemicals Co., Ltd., tên sản phẩm: BPEF), và 1200,5 phần khối lượng γ -butyrolacton được cho thêm vào và hỗn hợp này được khuấy tiếp. 2,4 phần khối lượng 4-dimetylaminopyridin (DMAP) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 8 giờ ở nhiệt độ 100°C. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa hợp chất có liên

kết imit và nhóm hydroxyl và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (A-8)"). Hợp chất (A-8) có trọng lượng phân tử trung bình số lượng bằng 15000, mức độ phân tán bằng 4,0, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 25 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm bằng 1,8 mmol/g.

(* Polyeste polyol có cấu trúc của công thức (1) nêu trên, trong đó n nằm trong khoảng từ 12,0 đến 12,1 khi tính trung bình).

Ví dụ tổng hợp 9 <Dung dịch A-9>

567,4g (0,1mol) polycarbonat polyol trên cơ sở 3-metyl-1,5-pentandiol : 1,6-hexandiol (được sản xuất bởi công ty Kuraray, tên sản phẩm: Kuraray Polyol C-3090) và 34,65g (0,08mol) 9,9-bis[4-(2-hydroxyetoxy)phenyl]florene (được sản xuất bởi công ty Osaka Gas Chemicals Co., Ltd., tên sản phẩm: BPEF) được cho vào bình phản ứng có trang bị thiết bị khuấy, nhiệt kế và thiết bị ngưng tụ, và 53,65g (0,214mol) MILLIONATE MT (được sản xuất bởi công ty Nippon Polyurethane Industry Co., Ltd.), sản phẩm này là hợp chất 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, 24,89g (0,143mol) COSMONATE T-80 (được sản xuất bởi công ty Mitsui Chemicals Polyurethanes, Inc.), sản phẩm này là hỗn hợp của 2,4-tolylene diisoxyanat và 2,6-tolylene diisoxyanat có tỷ lệ khối lượng bằng 80 : 20, và 1021g γ -butyrolacton được cho thêm vào đó. Tất cả các nguyên liệu được hòa tan ở nhiệt độ 150°C, 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 4 giờ để thu được polyisoxyanat có liên kết uretan.

Sau đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 60°C, 63,71g (0,332mol) anhydrit trimelitic được thêm vào đó và được hòa tan hoàn toàn trong

dung dịch này, sau đó 23,00g (0,092mol) MILLIONATE MT, 10,67g (0,061mol) COSMONATE T-80, và 146,07g γ -butyrolacton được thêm vào, tất cả các nguyên liệu được hòa tan bằng cách tăng nhiệt độ đến 120°C, và phản ứng được tiến hành trong 1 giờ.

Tiếp đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được tăng lên 180°C và phản ứng được tiến hành trong 2 giờ ở nhiệt độ 180°C. Tiếp đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 120°C, 5,61g 2-butanon oxim (được sản xuất bởi công ty Wako Junyaku K.K.) được thêm vào đó để kết thúc phản ứng, và sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa hợp chất có liên kết amit và liên kết imit và nhóm carboxyl, và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (A-9)").

Hợp chất (A-9) thu được có trọng lượng phân tử trung bình số lượng bằng 10500, mức độ phân tán bằng 3,1, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 24 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm bằng 1,8 mmol/g.

Ví dụ tổng hợp so sánh 1 <Dung dịch CA-1>

166,4 phần khối lượng anhydrit axit 1,2,3,4-butanetracarboxylic (tên sản phẩm: RIKACID BT-100, được sản xuất bởi công ty New Japan Chemical Co., Ltd.) làm dianhydrit tetracarboxylic và 398,4 phần khối lượng γ -butyrolacton làm dung môi được cho vào bình phản ứng có 4 cổ được trang bị thiết bị khuấy, ống làm nguội, ống nạp nitơ và nhiệt kế, và hỗn hợp này được khuấy ở nhiệt độ 120°C để hòa tan anhydrit axit 1,2,3,4-butanetracarboxylic. 99,18 phần khối lượng COSMONATE T-80 (được sản xuất bởi công ty Mitsui Chemicals Polyurethanes, Inc.), sản phẩm này là hỗn hợp của 2,4-tolylene diisoxyanat và 2,6-tolylene diisoxyanat có tỷ lệ khối lượng bằng 80 : 20, được cho thêm vào làm hợp chất

diisoxyanat và được khuấy tiếp, sau đó 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 3 giờ ở nhiệt độ 120°C trong dòng khí nitơ. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được prepolymer imit chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng.

Tiếp đó, prepolymer imit chứa nhóm anhydrit axit ở đầu tận cùng thu được có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng được gia nhiệt đến 100°C và được khuấy, sau đó 100,0 phần khối lượng hợp chất polycarbonat diol (tên sản phẩm: DURANOL T5650E, được sản xuất bởi công ty Asahi Kasei Chemicals Corp., $M_n = 500$) làm hợp chất polyol, 460,0 phần khối lượng polyeste diol trên cơ sở axit adipic/neopentyl glycol/1,6-hexandiol (tên sản phẩm: OD-X-688, được sản xuất bởi công ty DIC Corp., trọng lượng phân tử trung bình số lượng: khoảng 2000), và 147,5 phần khối lượng γ -butyrolacton được cho thêm vào và hỗn hợp này được khuấy tiếp. 2,4 phần khối lượng 4-dimethylaminopyridin (DMAP) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 8 giờ ở nhiệt độ 100°C. Sau đó, sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa hợp chất có liên kết imit và nhóm carboxyl, và nhóm hydroxyl và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (CA-1)"). Hợp chất (CA-1) có trọng lượng phân tử trung bình số lượng bằng 10500, mức độ phân tán bằng 4,0, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 44 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm bằng 0,7 mmol/g.

Ví dụ tổng hợp so sánh 2 <Dung dịch CA-2>

567,4g (0,179mol) polycarbonat polyol trên cơ sở 3-metyl-1,5-

pentandiol:1,6-hexandiol (được sản xuất bởi công ty Kuraray, tên sản phẩm: Kuraray Polyol C-3090 được cho vào bình phản ứng có trang bị thiết bị khuấy, nhiệt kế và thiết bị ngưng tụ, và 56,07g (0,214mol) Desmodur-W (được sản xuất bởi công ty Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.), sản phẩm này là hợp chất 4,4'-dicyclohexylmetan diisoxyanat, 27,77g (0,143mol) 1,3-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan (tên sản phẩm: TAKENATE 600, được sản xuất bởi công ty Mitsui Chemicals Polyurethanes, Inc.), và 976,9g γ -butyrolacton được cho thêm vào đó. Tất cả các nguyên liệu được hòa tan ở nhiệt độ 150°C, 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabicyclo[5.4.0]-7-undecen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 4 giờ để thu được polyisoxyanat có liên kết uretan.

Sau đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 60°C, 63,71g (0,332mol) anhydrit trimelitic được thêm vào và được hòa tan hoàn toàn trong dung dịch này, 23,00g (0,092mol) MILLIONATE MT, 10,67g (0,061mol) COSMONATE T-80, và 154,2g γ -butyrolacton được thêm vào, tất cả các nguyên liệu được hòa tan bằng cách tăng nhiệt độ đến 120°C, và phản ứng được tiến hành trong 1 giờ.

Tiếp đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được tăng lên 180°C và phản ứng được tiến hành trong 2 giờ ở nhiệt độ 180°C. Tiếp đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 120°C, 3,13g 2-butanon oxim (được sản xuất bởi công ty Wako Junyaku K.K.) được thêm vào đó để kết thúc phản ứng, và sản phẩm của phản ứng được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa hợp chất có liên kết amit và liên kết imit và nhóm carboxyl, và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (CA-2)").

Hợp chất (CA-2) thu được có trọng lượng phân tử trung bình số lượng bằng 12200, mức độ phân tán bằng 3,1, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 14 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm bằng 0,6 mmol/g.

Ví dụ tổng hợp so sánh 3 <Dung dịch CA-3>

156,98g (0,175mol) polycarbonat diol (UM-CARB90 (3/1), được sản xuất bởi công ty Ube Industries, Ltd., trọng lượng phân tử trung bình: khoảng 900) chứa đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ 1,4-xyclohexandimetanol và đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ 1,6-hexandiol với tỷ lệ mol bằng 3:1, 91,70g (0,350mol) Desmodur-W (được sản xuất bởi công ty Sumika Bayer Urethane Co., Ltd.), sản phẩm này là hợp chất 4,4'-dixyclohexylmetan diisoxyanat, và 165,80g γ -butyrolacton (được sản xuất bởi công ty Mitsubishi Chemical Corp.), sản phẩm này là dung môi, được đưa vào bình phản ứng có trang bị thiết bị khuấy, nhiệt kế và thiết bị ngưng tụ. Tất cả các nguyên liệu được hòa tan ở nhiệt độ 150°C, 0,1 phần khối lượng 1,8-diazabixyclo[5.4.0]-7-undexen (DBU) được cho thêm vào làm chất xúc tác, và phản ứng được tiến hành trong 4 giờ để thu được polyisoxyanat có liên kết uretan.

Sau đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 80°C, 45,85g (0,175mol) Desmodur-W, 33,60g (0,175mol) anhydrit trimelitic (được sản xuất bởi công ty Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc.), và 162,33g γ -butyrolacton (được sản xuất bởi công ty Mitsubishi Chemical Corp.) được cho thêm vào đó, tất cả các nguyên liệu được hòa tan bằng cách tăng nhiệt độ đến 150°C, và phản ứng được tiến hành trong 3 giờ.

Nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 80°C, 16,40g (0,158mol) neopentyl glycol (được sản xuất bởi công ty Kanto Chemical Co., Inc.), sản phẩm này là diol, được thêm vào, nhiệt độ được tăng lên 120°C để hòa tan toàn bộ

nguyên liệu, và phản ứng được tiến hành trong 4 giờ. Sau đó, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được giảm đến 80°C, 9,67g (0,105mol) glyxerin (được sản xuất bởi công ty Kanto Chemical Co., Inc.), sản phẩm này là triol, và 26,07g γ -butyrolacton (được sản xuất bởi công ty Mitsubishi Chemical Corp.) được thêm vào, và nhiệt độ được tăng lên 110°C để cho phản ứng diễn ra. Phản ứng được tiến hành trong khi khẳng định sự có mặt của các nhóm isoxyanato trong dung dịch phản ứng bằng phương pháp đo IR, và phản ứng được kết thúc khi khẳng định không còn các nhóm isoxyanato trong hệ thống. 177,1g γ -butyrolacton được thêm vào để thu được dung dịch chứa hợp chất có nhóm hydroxyl, liên kết amit và liên kết imit và nhóm hydroxyl, và có nồng độ hàm lượng chất rắn bằng 40% khối lượng (hợp chất này sau đây được gọi là "hợp chất (CA-3)"). Hợp chất (CA-3) thu được có trọng lượng phân tử trung bình số lượng bằng 8000, mức độ phân tán bằng 4,4, chỉ số axit của hàm lượng chất rắn bằng 27 mgKOH/g, chỉ số hydroxyl bằng 16 mgKOH/g, và nồng độ vòng thơm bằng 0,5 mmol/g.

Tạo ra hỗn hợp chất chính

Hỗn hợp chất chính 1

160,0 phần khối lượng hợp chất (A-1), 6,3 phần khối lượng bột silic oxit (được sản xuất bởi công ty Nippon Aerosil Co., Ltd., tên sản phẩm: Aerosil R-974), 0,72 phần khối lượng melamin (được sản xuất bởi công ty Nissan Chemical Industries, Ltd.) làm chất xúc tiến hóa rắn, và 8,4 phần khối lượng dietylen glycol dietyl ete được trộn lẫn, và bột silic oxit và chất xúc tiến hóa rắn được trộn lẫn vào hợp chất (A-1) bằng cách sử dụng máy nghiền có ba trục cán (được sản xuất bởi công ty INOUE MFG., INC., model: S-4 3/4 x 11). Sau đó, 2,0 phần khối lượng chất khử bọt (được sản xuất bởi công ty Momentive Performance Materials, tên sản

phẩm: TSA750S) được thêm vào và trộn lẫn bằng cách sử dụng dao trộn. Hỗn hợp thu được được gọi là hỗn hợp chất chính C1.

Các hỗn hợp chất chính từ 2 đến 9 và các hỗn hợp chất chính so sánh từ 1 đến 3

Các hỗn hợp chất chính được trộn lẫn bằng phương pháp giống như phương pháp tạo ra hỗn hợp chất chính 1 theo các thành phần trộn được thể hiện trong Bảng 1. Các hỗn hợp thu được được gọi là các hỗn hợp chất chính từ 2 đến 9 và các hỗn hợp chất chính so sánh từ 1 đến 3.

Các giá trị bằng số trong bảng được tính theo "phần khối lượng".

Bảng 1: Thành phần của hỗn hợp chất chính

	Hỗn hợp chất chính 1	Hỗn hợp chất chính 2	Hỗn hợp chất chính 3	Hỗn hợp chất chính 4	Hỗn hợp chất chính 5	Hỗn hợp chất chính 6	Hỗn hợp chất chính 7	Hỗn hợp chất chính 8	Hỗn hợp chất chính 9
Dung dịch (A-1) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)	160,0								
Dung dịch (A-2) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)		160,0							
Dung dịch (A-3) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)			160,0						
Dung dịch (A-4) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)				160,0					
Dung dịch (A-5) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)					160,0				

Dung dịch (A-6) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)									160,0			
Dung dịch (A-7) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)									160,0			
Dung dịch (A-8) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)										160,0		
Dung dịch (A-9) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)											160,0	
Dung dịch (CA-1) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)												
Dung dịch (CA-2) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)												

Dung dịch (CA-3) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)												
Bột silic oxit Aerosil R-974	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	6,3
Dietylen glycol dietyl ete	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4	8,4
Chất xúc tiến hóa rắn Melamin	0,72	0,72	0,72	0,72	0,72	0,72	0,72	0,72	0,72	0,72	0,72	0,72
Chất khử bọt TSA750S	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0

Bảng 1 (tiếp theo)

	Hỗn hợp chất chính so sánh 1	Hỗn hợp chất chính so sánh 2	Hỗn hợp chất chính so sánh 3
Dung dịch (A-1) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)			
Dung dịch (A-2) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)			
Dung dịch (A-3) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)			
Dung dịch (A-4) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)			
Dung dịch (A-5) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)			
Dung dịch (A-6) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)			
Dung dịch (A-7) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)			

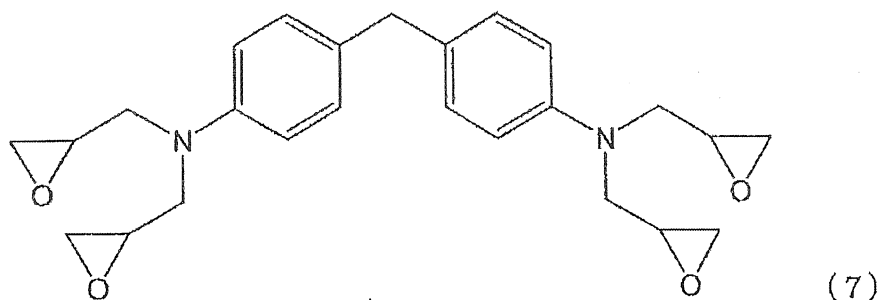
Dung dịch (A-8) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)			
Dung dịch (A-9) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)			
Dung dịch (CA-1) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)	160,0		
Dung dịch (CA-2) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)		160,0	
Dung dịch (CA-3) (Nồng độ hàm lượng chất rắn: 40,0% khối lượng)			160,0
Bột silic oxit Aerosil R-974	6,3	6,3	6,3
Dietylen glycol dietyl ete	8,4	8,4	8,4
Chất xúc tiến hóa rắn Melamin	0,72	0,72	0,72
Chất khử bọt TSA750S	2,0	2,0	2,0

Tạo ra dung dịch chất hóa rắn

Ví dụ trộn 1 của dung dịch chất hóa rắn <Dung dịch B-1 >

16,85 phần khối lượng nhựa epoxy có cấu trúc của công thức (7) dưới đây (được sản xuất bởi công ty Mitsubishi Chemical Corp., tên sản phẩm: JER 604, trọng lượng đương lượng epoxy: 120g/đương lượng) và 18,25 phần khối lượng dietylen glycol diethyl ete được thêm vào đồ chứa có trang bị thiết bị khuấy, nhiệt kế và thiết bị ngưng tụ, và quá trình khuấy được bắt đầu.

Trong khi tiếp tục khuấy, nhiệt độ bên trong đồ chứa được tăng lên 40°C bằng cách sử dụng bể dầu. Sau khi tăng nhiệt độ bên trong lên 40°C, việc khuấy được tiếp tục trong 30 phút. Sau khi khẳng định sự hòa tan hoàn toàn JER 604, sản phẩm thu được được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa JER 604 với nồng độ bằng 48% khối lượng. Dung dịch này được gọi là dung dịch chất hóa rắn B-1.



Ví dụ trộn 2 của dung dịch chất hóa rắn 2 <Dung dịch B-2>

16,85 phần khối lượng nhựa epoxy chứa N,N-glycidyl-4-(glycidylloxy)anilin làm thành phần chính (được sản xuất bởi công ty Mitsubishi Chemical Corp., tên sản phẩm: JER 630, trọng lượng đương lượng epoxy: 98g/đương lượng) và 18,25 phần khối lượng dietylen glycol diethyl ete được thêm vào đồ chứa có trang bị thiết bị khuấy,

nhệt kế và thiết bị ngưng tụ, và quá trình khuấy được bắt đầu.

Trong khi tiếp tục khuấy, nhiệt độ bên trong đồ chứa được tăng lên 40°C bằng cách sử dụng bể dầu. Sau khi tăng nhiệt độ bên trong lên 40°C, việc khuấy được tiếp tục trong 30 phút. Sau khi khẳng định sự hòa tan hoàn toàn JER 630, sản phẩm thu được được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng để thu được dung dịch chứa JER 630 với nồng độ bằng 48% khối lượng. Dung dịch này được gọi là dung dịch chất hóa rắn B-2.

Trộn lẫn hỗn hợp chất chính với dung dịch chứa chất hóa rắn

Ví dụ 1 của chế phẩm có thể hóa rắn

88,71 phần khối lượng hỗn hợp chất chính C1 và 3,51 phần khối lượng dung dịch chất hóa rắn B-1 được cho vào đồ chứa bằng chất dẻo. Tiếp đó, 3,0 phần khối lượng dietylen glycol dietyl ete và 1,5 phần khối lượng dietylen glycol etyl ete axetat được thêm vào làm dung môi để làm cho độ nhớt phù hợp với độ nhớt của chế phẩm có thể hóa rắn của các ví dụ trộn khác và các ví dụ trộn so sánh được nêu dưới đây. Việc trộn được tiến hành ở nhiệt độ trong phòng trong 5 phút bằng cách sử dụng dao trộn để thu được chế phẩm có thể hóa rắn (sau đây được gọi là "chế phẩm có thể hóa rắn F1").

Các ví dụ từ 2 đến 10 và ví dụ so sánh từ 1 đến 3 của chế phẩm có thể hóa rắn

Các chế phẩm có thể hóa rắn được điều chế bằng phương pháp giống như phương pháp trong ví dụ 1 của chế phẩm có thể hóa rắn theo các thành phần trộn được thể hiện trong Bảng 1. Các hỗn hợp được điều chế trong các ví dụ từ 2 đến 9 được gọi tương ứng là các hỗn hợp chất chính từ F2 đến F10 và các hỗn hợp được điều chế trong các ví dụ so sánh từ 1 đến 3 của chế phẩm có thể hóa rắn được gọi tương ứng là các hỗn hợp chất chính so sánh từ G1 đến G3.

Isoxyanat được bảo vệ "7950" được sản xuất bởi công ty Baxenden tương ứng với thành phần (B) được cho thêm tiếp vào các chế phẩm có thể hóa rắn F8 và G3. Các giá trị bằng số trong bảng được tính theo "phần khối lượng".

Bảng 2 thể hiện các thành phần trộn lẫn của các chế phẩm có thể hóa rắn từ F1 đến F10 và các chế phẩm có thể hóa rắn từ G1 đến G3. Ngoài ra, Bảng 3 thể hiện lượng tính theo phần khối lượng của các thành phần của các chế phẩm có thể hóa rắn từ F1 đến F10 và các chế phẩm có thể hóa rắn từ G1 đến G3. Các giá trị của số lượng nhóm epoxy/số lượng nhóm carboxyl trong Bảng 2 và Bảng 3 được tính từ chỉ số axit.

Bảng 2: Các thành phần trộn lẫn của chế phẩm có thể hóa rắn

	Đơn vị	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7
		Chế phẩm có thể hóa rắn F1	Chế phẩm có thể hóa rắn F2	Chế phẩm có thể hóa rắn F3	Chế phẩm có thể hóa rắn F4	Chế phẩm có thể hóa rắn F5	Chế phẩm có thể hóa rắn F6	Chế phẩm có thể hóa rắn F7
Thành phần (A) + Thành phần (C)	Hỗn hợp chất chính 1	Phần khối lượng 88,71						
	Hỗn hợp chất chính 2		88,71	88,71				
	Hỗn hợp chất chính 3				88,71			
	Hỗn hợp chất chính 4					88,71		
	Hỗn hợp chất chính 5						88,71	
	Hỗn hợp chất chính 6							88,71
	Hỗn hợp chất chính 7							
	Hỗn hợp chất chính 8							
	Hỗn hợp chất chính 9							

	Hỗn hợp chất chính so sánh 1	Phần khối lượng								
	Hỗn hợp chất chính so sánh 2	Phần khối lượng								
	Hỗn hợp chất chính so sánh 3	Phần khối lượng								
Thành phần (B)	Dung dịch chất hóa rắn B-1	Phần khối lượng	3,51	3,51		3,62	3,62	3,38	3,38	
	Dung dịch chất hóa rắn B-2	Phần khối lượng								
	7950 *1)	Phần khối lượng			2,87					
Thành phần (C)	Dietylen glycol dietyl ete	Phần khối lượng	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	
	Dietylen glycol etyl ete axetat	Phần khối lượng	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	

Số lượng nhóm epoxy/ số lượng nhóm carboxyl	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
--	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

*1) Isoxyanat được bảo vệ được sản xuất bởi công ty Baxenden, trọng lượng đương lượng NCO: 567, hàm lượng chất rắn: 65% trọng lượng, dung môi: propylen glycol methyl ete axetat

Bảng 2 (tiếp theo)

		Đơn vị	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
			Chế phẩm có thể hóa rắn F8	Chế phẩm có thể hóa rắn F9	Chế phẩm có thể hóa rắn F10	Chế phẩm có thể hóa rắn G1	Chế phẩm có thể hóa rắn G2	Chế phẩm có thể hóa rắn G3
Thành phần (A) + Thành phần (C)	Hỗn hợp chất chính 1	Phần khối lượng						
	Hỗn hợp chất chính 2	Phần khối lượng						
	Hỗn hợp chất chính 3	Phần khối lượng						
	Hỗn hợp chất chính 4	Phần khối lượng						
	Hỗn hợp chất chính 5	Phần khối lượng						
	Hỗn hợp chất chính 6	Phần khối lượng						

	Hỗn hợp chất chính 7	Phần khối lượng	88,71						
	Hỗn hợp chất chính 8	Phần khối lượng	88,71						
	Hỗn hợp chất chính 9	Phần khối lượng		88,71					
	Hỗn hợp chất chính so sánh 1	Phần khối lượng			88,71				
	Hỗn hợp chất chính so sánh 2	Phần khối lượng				88,71			
	Hỗn hợp chất chính so sánh 3	Phần khối lượng						88,71	
Thành phần (B)	Dung dịch chất hóa rắn B-1	Phần khối lượng	2,29	3,51	3,38	6,17	1,96	3,79	
	Dung dịch chất hóa rắn B-2	Phần khối lượng							

	7950 *1)	Phần khối lượng	6,55						8,88
Thành phần (C)	Dietylen glycol dietyl ete	Phần khối lượng	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
	Dietylen glycol etyl ete axetat	Phần khối lượng	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5

Số lượng nhóm epoxy / số lượng nhóm carboxyl	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
--	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

*1) Isoxyanat được bảo vệ được sản xuất bởi công ty Baxenden, trọng lượng đương lượng NCO: 567, hàm lượng chất rắn: 65% trọng lượng, dung môi: propylen glycol metyl ete axetat

Bảng 3

		Đơn vị	Chế phẩm có thể hóa rắn F1	Chế phẩm có thể hóa rắn F2	Chế phẩm có thể hóa rắn F3	Chế phẩm có thể hóa rắn F4
Dung dịch (A-1) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-1	Phần khối lượng	32,0			
	Thành phần (C) γ -BL		48,0			
Dung dịch (A-2) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-2	Phần khối lượng		32,0	32,0	
	Thành phần (C) γ -BL			48,0	48,0	
Dung dịch (A-3) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-3	Phần khối lượng				32,0
	Thành phần (C) γ -BL					48,0
Dung dịch (A-4) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-4	Phần khối lượng				
	Thành phần (C) γ -BL					

Dung dịch (A-5) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-5	Phần khối lượng				
	Thành phần (C) γ -BL					
Dung dịch (A-6) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-6	Phần khối lượng				
	Thành phần (C) γ -BL					
Dung dịch (A-7) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-7	Phần khối lượng				
	Thành phần (C) γ -BL					
Dung dịch (A-8) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-8	Phần khối lượng				
	Thành phần (C) γ -BL					
Dung dịch (A-9) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-9	Phần khối lượng				
	Thành phần (C) γ -BL					
Dung dịch (CA-1)	CA-1	Phần				

(dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (C) γ -BL	khối lượng				
Dung dịch (CA-2) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	CA-2	Phần				
	Thành phần (C) γ -BL	khối lượng				
Dung dịch (CA-3) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	CA-3	Phần				
	Thành phần (C) γ -BL	khối lượng				
Dung dịch chất hóa rắn B-1 (JER604)	Thành phần (B)	Phần khối lượng	1,68	1,68		1,74
Dung dịch chất hóa rắn B-2 (JER630)	Thành phần (B)	Phần khối lượng			1,38	
Các chất rắn trong 7950 *1)	Thành phần (B)	Phần khối lượng				
Propylen glycol metyl ete axetat	Thành phần (C)	Phần khối lượng				
Dietylen glycol dietyl ete	Thành phần (C)	Phần khối lượng	9,03	9,03	8,69	9,03
Dietylen glycol etyl ete axetat	Thành phần (C)	Phần khối lượng	1,5	1,5	1,5	1,5

Bột silic oxit Aerosil R-974	Thành phần (D)	Phần khối lượng	3,15	3,15	3,15	3,15
Chất xúc tiến hóa rắn Melamin		Phần khối lượng	0,36	0,36	0,36	0,36
Chất khử bọt TSA750S		Phần khối lượng	1,00	1,00	1,00	1,00
Số lượng nhóm epoxy /số lượng nhóm carboxyl			1,0	1,0	1,0	1,0
Thành phần A Nồng độ vòng thơm		mmol/ g	5,0	5,0	5,0	4,8
Thành phần A Chỉ số axit		mgKO H/g	25	25	25	26
Thành phần A Trọng lượng phân tử trung bình số lượng			15000	15000	15000	15000

*1) Isoxyanat được bảo vệ được sản xuất bởi công ty Baxenden, trọng lượng đương lượng NCO: 567, hàm lượng chất rắn: 65% trọng lượng, dung môi: propylen glycol metyl ete axetat

Bảng 3 (tiếp theo)

		Đơn vị	Chế phẩm có thể hóa rắn F5	Chế phẩm có thể hóa rắn F6	Chế phẩm có thể hóa rắn F7
Dung dịch (A-1) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-1	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-2) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-2	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-3) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-3	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-4) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-4	Phần khối lượng	32,0		
	Thành phần (C) γ -BL		48,0		
Dung dịch (A-5) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng	Thành phần (A) A-5	Phần khối lượng		32,0	

chất rắn 40,0%)	Thành phần (C) γ -BL			48,0	
Dung dịch (A-6) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-6	Phần khối lượng			32,0
	Thành phần (C) γ -BL				48,0
Dung dịch (A-7) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-7	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-8) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-8	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-9) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-9	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (CA-1) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	CA-1	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				

Dung dịch (CA-2) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	CA-2	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (CA-3) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	CA-3	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch chất hóa rắn B-1 (JER604)	Thành phần (B)	Phần khối lượng	1,74	1,62	1,62
Dung dịch chất hóa rắn B-2 (JER630)	Thành phần (B)	Phần khối lượng			
Các chất rắn trong 7950 *1)	Thành phần (B)	Phần khối lượng			
Propylen glycol metyl ete axetat	Thành phần (C)	Phần khối lượng			
Dietylen glycol dietyl ete	Thành phần (C)	Phần khối lượng	9,06	8,96	8,96
Dietylen glycol etyl ete axetat	Thành phần (C)	Phần khối lượng	1,5	1,5	1,5
Bột silic oxit Aerosil R-974	Thành phần (D)	Phần khối lượng	3,15	3,15	3,15
Chất xúc tiến hóa rắn Melamin		Phần khối lượng	0,36	0,36	0,36
Chất khử bọt TSA750S		Phần khối lượng	1,00	1,00	1,00
Số lượng nhóm epoxy/ số lượng nhóm carboxyl			1,0	1,0	1,0

Thành phần A Nồng độ vòng thơm		mmol/g	4,8	4,7	4,7
Thành phần A Chỉ số axit		mgKOH/g	26	24	24
Thành phần A Trọng lượng phân tử trung bình số lượng			15000	10500	10500

*1) Isoxyanat được bảo vệ được sản xuất bởi công ty Baxenden, trọng lượng đương lượng NCO: 567, hàm lượng chất rắn: 65% trọng lượng, dung môi: propylen glycol metyl ete axetat

Bảng 3 (tiếp theo)

		Đơn vị	Chế phẩm có thể hóa rắn F8	Chế phẩm có thể hóa rắn F9	Chế phẩm có thể hóa rắn F10
Dung dịch (A-1) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-1	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-2) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-2	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-3) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-3	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-4) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-4	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-5) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng	Thành phần (A) A-5	Phần khối lượng			

chất rắn 40,0%)	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-6) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-6	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-7) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-7	Phần khối lượng	32,0		
	Thành phần (C) γ -BL		48,0		
Dung dịch (A-8) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-8	Phần khối lượng		32,0	
	Thành phần (C) γ -BL			48,0	
Dung dịch (A-9) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-9	Phần khối lượng			32,0
	Thành phần (C) γ -BL				48,0
Dung dịch (CA-1) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	CA-1	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				

Dung dịch (CA-2) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	CA-2	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (CA-3) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	CA-3	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch chất hóa rắn B-1 (JER604)	Thành phần (B)	Phần khối lượng	1,10	1,68	1,62
Dung dịch chất hóa rắn B-2 (JER630)	Thành phần (B)	Phần khối lượng			
Các chất rắn trong 7950 *1)	Thành phần (B)	Phần khối lượng	3,61		
Propylen glycol metyl ete axetat	Thành phần (C)	Phần khối lượng	1,94		
Dietylen glycol dietyl ete	Thành phần (C)	Phần khối lượng	8,39	9,03	8,96
Dietylen glycol etyl ete axetat	Thành phần (C)	Phần khối lượng	1,5	1,5	1,5
Bột silic oxit Aerosil R-974	Thành phần (D)	Phần khối lượng	3,15	3,15	8,15
Chất xúc tiến hóa rắn Melamin		Phần khối lượng	0,36	0,36	0,36
Chất khử bọt TSA750S		Phần khối lượng	1,00	1,00	1,00
Số lượng nhóm epoxy / số lượng nhóm carboxyl			1,0	1,0	1,0

Thành phần A Nồng độ vòng thơm		mmol/g	3,3	1,8	1,8
Thành phần A Chỉ số axit		mgKOH/g	15	25	24
Thành phần A Trọng lượng phân tử trung bình số lượng			10000	15000	10500

*1) Isoxyanat được bảo vệ được sản xuất bởi công ty Baxenden, trọng lượng đương lượng NCO: 567, hàm lượng chất rắn: 65% trọng lượng, dung môi: propylen glycol metyl ete axetat

Bảng 3 (tiếp theo)

		Đơn vị	Chế phẩm có thể hóa rắn G1	Chế phẩm có thể hóa rắn G2	Chế phẩm có thể hóa rắn G3
Dung dịch (A-1) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-1	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-2) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-2	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-3) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-3	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-4) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-4	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-5) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-5	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-6) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-6	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-7) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng	Thành phần (A) A-7	Phần khối lượng			
	Thành phần (C)				

chất rắn 40,0%)	γ -BL				
Dung dịch (A-8) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-8	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (A-9) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	Thành phần (A) A-9	Phần khối lượng			
	Thành phần (C) γ -BL				
Dung dịch (CA-1) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	CA-1	Phần khối lượng	32,0		
	Thành phần (C) γ -BL		48,0		
Dung dịch (CA-2) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	CA-2	Phần khối lượng		32,0	
	Thành phần (C) γ -BL			48,0	
Dung dịch (CA-3) (dung dịch γ -BL, nồng độ hàm lượng chất rắn 40,0%)	CA-3	Phần khối lượng			32,0
	Thành phần (C) γ -BL				48,0
Dung dịch chất hóa rắn B-1 (JER604)	Thành phần (B)	Phần khối lượng	2,96	0,94	1,82
Dung dịch chất hóa rắn B-2 (JER630)	Thành phần (B)	Phần khối lượng			
Các chất rắn trong 7950 *1)	Thành phần (B)	Phần khối lượng			5,77
Propylen glycol metyl ete axetat	Thành phần (C)	Phần khối lượng			3,11
Dietylen glycol dietyl ete	Thành phần (C)	Phần khối lượng	10,41	8,22	9,17

Dietylen glycol etyl ete axetat	Thành phần (C)	Phần khối lượng	1,5	1,5	1,5
Bột silic oxit Aerosil R-974	Thành phần (D)	Phần khối lượng	3,15	3,15	3,15
Chất xúc tiến hóa rắn Melamin		Phần khối lượng	0,36	0,36	0,36
Chất khử bọt TSA750S		Phần khối lượng	1,00	1,00	1,00
Số lượng nhóm epoxy/số lượng nhóm carboxyl			1,0	1,0	1,0
Thành phần A Nồng độ vòng thơm		mmol/g	0,7	0,6	0,5
Thành phần A Chỉ số axit		mgKOH/g	44	14	27
Thành phần A Trọng lượng phân tử trung bình số lượng			10500	12200	8000

*1) Isoxyanat được bảo vệ được sản xuất bởi công ty Baxenden, trọng lượng đương lượng NCO: 567, hàm lượng chất rắn: 65% trọng lượng, dung môi: propylen glycol metyl ete axetat

Các ví dụ từ 1 đến 10 và các ví dụ so sánh 1 đến 3

Việc đánh giá tính dễ uốn, đặc tính ngăn ngừa sự đứt dây và đặc tính cong vênh, và đánh giá độ tin cậy về sự cách điện trong thời gian dài được thực hiện như được giải thích dưới đây bằng cách sử dụng các chế phẩm có thể hóa rắn từ F1 đến F10 và các chế phẩm có thể hóa rắn từ G1 đến G3. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Đánh giá tính dễ uốn

Chế phẩm có thể hóa rắn F1 được phủ lên đồng của tấm mỏng mạ đồng mềm (được sản xuất bởi công ty Sumitomo Metal Mining Co., Ltd., tên sản phẩm: S'PERFLEX, độ dày của đồng: 8 μm , độ dày của polyimide: 38 μm) bằng cách in lưới với kích thước chiều rộng 75mm và chiều dài 110mm theo cách sao cho độ dày sau khi hóa rắn sẽ bằng 15 μm , và tấm mỏng này được duy trì ở nhiệt độ trong phòng trong 10 phút, sau đó được cho vào thiết bị sấy bằng không khí nóng lưu thông ở nhiệt độ 120°C để hóa rắn chế phẩm có thể hóa rắn F1. Lớp lót màng PET bảo vệ của mẫu thử tạo thành bị bong ra, mẫu thử này được cắt thành các dải có chiều rộng 10mm bằng cách sử dụng máy cắt, dải này được uốn khoảng 180° với bề mặt được phủ ở bên ngoài, và được ép trong 3 giây với áp lực $0,5 \pm 0,2$ MPa bằng cách sử dụng máy ép. Quan sát phần bị uốn ở trạng thái uốn bằng kính hiển vi có độ phóng đại 30 lần để khẳng định sự xuất hiện vết nứt. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Việc đánh giá tương tự được thực hiện bằng cách sử dụng các chế phẩm có thể hóa rắn từ F2 đến F10 và các chế phẩm có thể hóa rắn từ G1 đến G3. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Đánh giá đặc tính ngăn ngừa sự đứt dây nối trên bảng nối dây (thử nghiệm MIT)

Trên bảng nối dây mềm thu được bằng cách tiến hành xử lý mạ thiếc trên nền có kiểu nối dây tương tự răng lược tinh tế như được mô tả trong phương pháp JPCA-ET01 (chiều rộng của dây nối bằng đồng/chiều rộng giữa các dây nối bằng đồng = $15\mu\text{m}/15\mu\text{m}$) được tạo ra bằng cách khắc ăn mòn tấm mỏng mạ đồng mềm (được sản xuất bởi công ty Sumitomo Metal Mining Co., Ltd., tên sản phẩm: S'PERFLEX US, độ dày của đồng: $8\mu\text{m}$, độ dày của polyimit: $38\mu\text{m}$), chế phẩm có thể hóa rắn F1 được phủ bằng quy trình in lưới sao cho độ dày của màng phủ được xác định từ bề mặt polyimit sẽ bằng $10\mu\text{m}$ (sau khi khô). Bảng nối dây thu được có màng phủ tạo thành được cho vào thiết bị sấy bằng không khí nóng lưu thông ở nhiệt độ 80°C trong 30 phút, sau đó được cho vào thiết bị sấy bằng không khí nóng lưu thông ở nhiệt độ 120°C trong 120 phút để hóa rắn màng phủ này.

Bằng cách sử dụng mẫu thử này, thử nghiệm được thực hiện theo phương pháp được mô tả trong phương pháp JIS C-5016 trong các điều kiện thử nghiệm sau.

Các điều kiện thử nghiệm

Thiết bị thử nghiệm: thiết bị thử nghiệm MIT BE-202 được sản xuất bởi công ty Tester Sangyo Co., Ltd.

Tốc độ uốn: 10 lần/phút

Tải trọng: 200 g

Góc uốn: $\pm 90^{\circ}$

Bán kính ở góc của thiết bị kẹp: 0,5 mm

Trong các điều kiện thử nghiệm nêu trên, số lần uốn được tăng lên 10 lần, sự xuất hiện vết nứt trong bảng nối dây được quan sát bằng mắt thường, và số lần uốn khi vết nứt xuất hiện được ghi lại. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Việc đánh giá tương tự được thực hiện bằng cách sử dụng các chế phẩm có thể

hóa rắn từ F2 đến F10 và các chế phẩm có thể hóa rắn từ G1 đến G3. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Đánh giá đặc tính cong vênh

Chế phẩm có thể hóa rắn F1 được phủ lên nền bằng cách in lưới bằng cách sử dụng lưới polyeste có cỡ lỗ #180, và nền này được cho vào thiết bị sấy bằng không khí nóng lưu thông ở nhiệt độ 80°C trong 30 phút. Tiếp đó, nền này được cho vào thiết bị sấy bằng không khí nóng lưu thông ở nhiệt độ 120°C trong 60 phút đến hóa rắn chế phẩm có thể hóa rắn F1 đã phủ. Màng polyimide có độ dày 25µm [Kapton® 100EN, được sản xuất bởi Du Pont-Toray Co., Ltd.] được sử dụng làm nền.

Màng phủ đã hóa rắn được cắt cùng với nền thành hình tròn có đường kính ϕ 50mm bằng cách sử dụng máy cắt đĩa tròn. Nền có màng phủ được cắt thành hình tròn có sự biến dạng trong đó vùng xung quanh của phần tâm có sự cong vênh lồi hoặc lõm. Sau một giờ, nền mà màng hóa rắn được tạo ra trên đó được cắt bằng máy cắt hình đĩa được để yên ở trạng thái lồi hướng xuống dưới, nghĩa là được để yên theo cách sao cho vùng xung quanh của phần tâm được cho tiếp xúc với mặt phẳng nằm ngang, chiều cao lớn nhất và nhỏ nhất của sự cong vênh so với mặt phẳng nằm ngang được xác định và tính giá trị trung bình của chúng. Các dấu hiệu thể hiện hướng cong vênh, và dấu "+" thể hiện trường hợp trong đó màng hóa rắn ở phía trên của nền đồng hoặc màng polyimide và dấu "-" thể hiện trường hợp trong đó màng hóa rắn ở phía dưới của nền đồng hoặc màng polyimide khi được để yên ở trạng thái lồi hướng xuống dưới. Sự cong vênh bằng +3,0mm dưới đây được cho là vượt qua thử nghiệm.

Các kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Việc đánh giá tương tự được thực hiện bằng cách sử dụng các chế phẩm có thể

hóa rắn từ F2 đến F10 và các chế phẩm có thể hóa rắn từ G1 đến G3. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Đánh giá độ tin cậy về sự cách điện trong thời gian dài

Trên bảng nối dây mềm thu được bằng cách tiến hành xử lý mạ thiếc trên nền có kiểu nối dây tương tự rằng lược tinh tế như được mô tả trong phương pháp JPCA-ET01 (chiều rộng của dây nối bằng đồng/chiều rộng giữa các dây nối bằng đồng = 15 μ m/15 μ m) được tạo ra bằng cách khắc ăn mòn tấm mỏng mạ đồng mềm (được sản xuất bởi công ty Sumitomo Metal Mining Co., Ltd., tên sản phẩm: S'PERFLEX US, độ dày của đồng: 8 μ m, độ dày của polyimit: 38 μ m), chế phẩm có thể hóa rắn F1 được phủ bằng quy trình in lưới sao cho độ dày của màng phủ được xác định từ bề mặt polyimit sẽ bằng 15 μ m (sau khi khô). Bảng nối dây mềm thu được được cho vào thiết bị sấy bằng không khí nóng lưu thông ở nhiệt độ 80°C trong 30 phút, sau đó được cho vào thiết bị sấy bằng không khí nóng lưu thông ở nhiệt độ 120°C trong 120 phút để hóa rắn chế phẩm có thể hóa rắn F1 đã phủ.

Bằng cách sử dụng mẫu thử này, đặt điện áp định thiên bằng 60V vào, và thử nghiệm độ ẩm ở nhiệt độ ổn định được thực hiện trong điều kiện nhiệt độ 120°C và độ ẩm tương đối (RH) 85% bằng cách sử dụng MIGRATION TESTER MODEL MIG-8600 (được sản xuất bởi công ty IMV Corp.). Trị số điện trở của nền có kiểu nối dây tương tự rằng lược tinh tế được xác định ở giai đoạn ban đầu của thử nghiệm độ ẩm ở nhiệt độ ổn định và sau 100 giờ, 250 giờ, và 400 giờ sau khi bắt đầu thử nghiệm nêu trên được thể hiện trong Bảng 4.

Việc đánh giá tương tự được thực hiện bằng cách sử dụng các chế phẩm có thể hóa rắn từ F2 đến F10 và các chế phẩm có thể hóa rắn từ G1 đến G3, và các kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Bảng 4

Chế phẩm có thể hóa rắn được sử dụng		Đơn vị	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7
			Chế phẩm có thể hóa rắn F1	Chế phẩm có thể hóa rắn F2	Chế phẩm có thể hóa rắn F3	Chế phẩm có thể hóa rắn F4	Chế phẩm có thể hóa rắn F5	Chế phẩm có thể hóa rắn F6	Chế phẩm có thể hóa rắn F7
Đánh giá tính dễ uốn	Độ dày màng của sản phẩm hóa rắn	μm	15	15	15	15	15	15	15
			Không có vết nứt	Không có vết nứt	Không có vết nứt	Không có vết nứt	Không có vết nứt	Không có vết nứt	Không có vết nứt
Kết quả đánh giá của đặc tính ngăn ngừa sự đứt dây nối trên bảng nối dây (thử nghiệm MIT)		Số lần	230	220	220	210	210	200	200
Đánh giá đặc tính cong vênh			Đạt (+ 2,4mm)	Đạt (+ 2,7 mm)	Đạt (+ 2,2 mm)	Đạt (+ 2,5 mm)	Đạt (+ 2,8 mm)	Đạt (+ 2,2mm)	Đạt (+ 2,4 mm)
			5 x 10 ⁸	4 x 10 ⁸	3 x 10 ⁸	4 x 10 ⁸	3 x 10 ⁸	4 x 10 ⁸	3 x 10 ⁸
Đánh giá độ tin cậy về sự cách điện trong thời	Giai đoạn ban đầu	Ω	4 x 10 ⁸	3 x 10 ⁸	2 x 10 ⁸	3 x 10 ⁸	2 x 10 ⁸	3 x 10 ⁸	2 x 10 ⁸
	100 giờ								

gian dài	sau khi bắt đầu											
	250 giờ sau khi bắt đầu											
	400 giờ sau khi bắt đầu											

Bảng 4 (tiếp theo)

	Đơn vị	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
Chế phẩm có thể hóa rắn được sử dụng		Chế phẩm có thể hóa rắn F8	Chế phẩm có thể hóa rắn F9	Chế phẩm có thể hóa rắn F10	Chế phẩm có thể hóa rắn G1	Chế phẩm có thể hóa rắn G2	Chế phẩm có thể hóa rắn G3
Đánh giá tính dễ uốn	Độ dày màng của sản phẩm hóa rắn	15	15	15	15	15	15
		Không có vết nứt	Không có vết nứt	Không có vết nứt	Không có vết nứt	Không có vết nứt	Không có vết nứt
Kết quả đánh giá của đặc tính ngăn ngừa sự đứt dây nối trên bảng nối dây (thử nghiệm MIT)	Số lần	200	180	180	160	150	150
Đánh giá đặc tính cong vênh		Đạt (+ 2,4 mm)	Đạt (+ 2,8 mm)	Đạt (+ 2,8 mm)	Đạt (+ 2,7 mm)	Đạt (+ 2,5 mm)	Đạt (+ 2,5 mm)
		3 x 10 ⁸	5 x 10 ⁸	5 x 10 ⁸	4 x 10 ⁸	4 x 10 ⁸	4 x 10 ⁸
Đánh giá độ tin cậy về sự cách điện trong thời gian dài	Giai đoạn ban đầu	2 x 10 ⁸	4 x 10 ⁸	4 x 10 ⁸	3 x 10 ⁸	3 x 10 ⁸	3 x 10 ⁸
	100 giờ sau khi bắt đầu	1 x 10 ⁸	2 x 10 ⁸	2 x 10 ⁸	2 x 10 ⁸	2 x 10 ⁸	2 x 10 ⁸
	250 giờ sau						

Các kết quả trong Bảng 4 cho thấy rằng chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế có tính dễ uốn tốt, đặc tính ngăn ngừa sự đứt dây và độ tin cậy về sự cách điện trong thời gian dài rất tốt, và sản phẩm hóa rắn hữu ích làm màng bảo vệ cách điện dùng cho bảng nối dây mềm.

Khả năng áp dụng công nghiệp

Chế phẩm có thể hóa rắn theo sáng chế có thể được sử dụng thích hợp để bảo vệ tính cách điện của bảng nối dây mềm.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm có thể hóa rắn chứa:

thành phần (A) là hợp chất có ít nhất một đơn vị cấu trúc có công thức (A) dưới đây, có ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit, và có nhóm chức có khả năng phản ứng với chất hóa rắn,

trong đó thành phần (A) chứa hợp chất thu được bằng phản ứng sử dụng các nguyên liệu bao gồm:

nguyên liệu thô (a) là dẫn xuất axit polycarboxylic hóa trị ba và/hoặc hóa trị bốn có nhóm anhydrit axit,

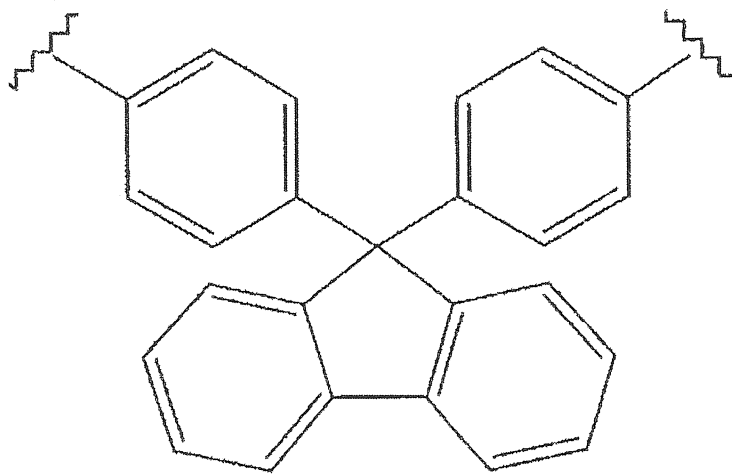
nguyên liệu thô (b) là hợp chất polyol được thể hiện bằng ít nhất một trong số các công thức chung (1) và (2) dưới đây,

nguyên liệu thô (c) là polyisoxyanat, và

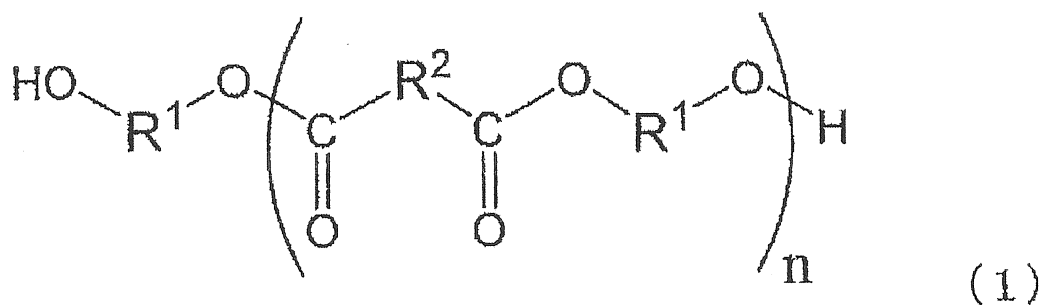
nguyên liệu thô (d) có công thức (A2) và/hoặc (A3) dưới đây,

thành phần (B) là chất hóa rắn; và

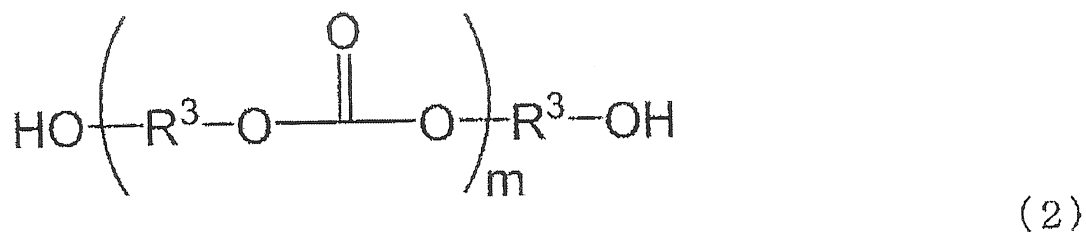
thành phần (C) là dung môi hữu cơ



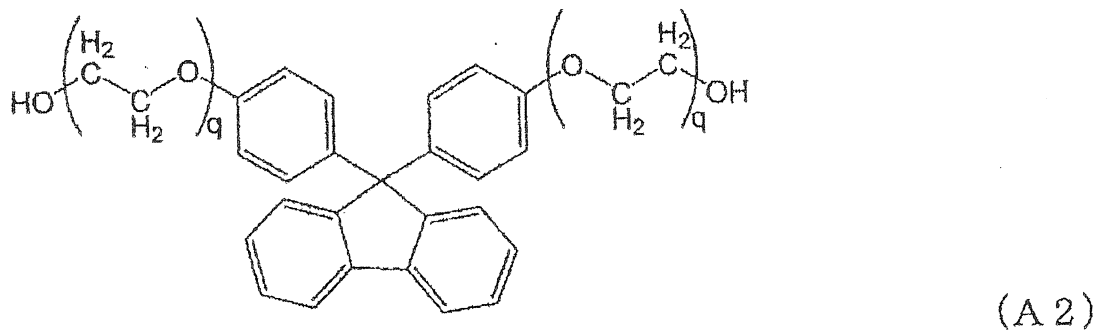
trong đó đường dạng sóng thể hiện đầu tận cùng của cấu trúc và vị trí liên kết với cấu trúc khác



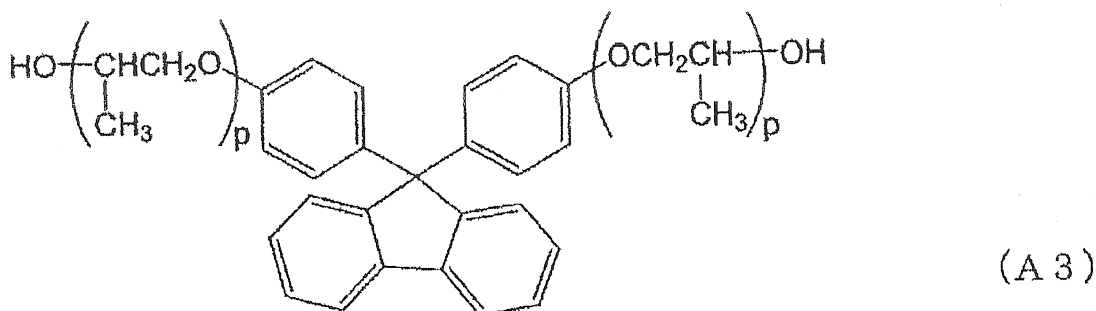
trong công thức (1), mỗi nhóm R^1 với giá trị của $(n+1)$ độc lập là gốc hữu cơ có nguồn gốc từ diol có số lượng nguyên tử cacbon nằm trong khoảng từ 3 đến 36, mỗi nhóm R^2 với giá trị của n độc lập là ít nhất một gốc được chọn từ gốc hữu cơ thơm, gốc hữu cơ thơm có thêm nhóm thế, và gốc hữu cơ có nguồn gốc từ axit dicarboxylic có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon, và n độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 60,



trong công thức (2), mỗi nhóm R^3 với giá trị của $(m+1)$ độc lập là gốc hữu cơ có nguồn gốc từ diol có từ 3 đến 36 nguyên tử cacbon, và m độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 60,



trong công thức (A2), mỗi q độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 10



trong công thức (A3), mỗi p độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 10.

2. Chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm 1, trong đó nhóm chức có khả năng phản ứng với chất hóa rắn là ít nhất một nhóm trong số nhóm carboxyl, nhóm hydroxyl, nhóm anhydrit axit, nhóm isoxyanato, nhóm amit, và nhóm amino.
3. Chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm 1 hoặc 2, trong đó thành phần (A) có nồng độ vòng thơm nằm trong khoảng từ 1,0 đến 6,0 mmol/g.
4. Chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó thành phần (A) có đơn vị cấu trúc được thể hiện bằng công thức (A), có ít nhất một liên kết trong số liên kết imit và liên kết amit, và còn có liên kết uretan.
5. Chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó thành phần (A) có chỉ số axit nằm trong khoảng từ 10 đến 50 mgKOH/g.
6. Chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó thành phần (B) chứa hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm epoxy trong một phân tử.
7. Chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó thành phần (C) là ít nhất một dung môi hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm dung môi trên cơ sở ete, dung môi trên cơ sở este, dung môi trên cơ sở keton, và dung

môi trên cơ sở hydrocacbon thơm.

8. Chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó chế phẩm này còn chứa:

thành phần (D) là ít nhất một loại hạt mịn được chọn từ nhóm bao gồm hạt mịn vô cơ và hạt mịn hữu cơ.

9. Chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó chế phẩm này chứa thành phần (B) với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 55 phần khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A) và thành phần (B) là 100 phần khối lượng.

10. Chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó chế phẩm này chứa thành phần (C) với lượng nằm trong khoảng từ 25 đến 75 phần khối lượng so với tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B), thành phần (C) và thành phần (D) (tổng lượng của thành phần (A), thành phần (B) và thành phần (C) khi thành phần (D) không có mặt) là 100 phần khối lượng.

11. Màng hóa rắn chứa sản phẩm hóa rắn của chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10.

12. Màng phủ chồng cho bảng nối dây mềm thu được bằng cách phủ chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10 lên một phần hoặc toàn bộ bề mặt có sự nối dây của bảng nối dây mềm được tạo ra, và trong đó sự nối dây được tạo ra trên nền mềm dẻo, và hóa rắn chế phẩm có thể hóa rắn này.

13. Bảng nối dây mềm, trong đó một phần hoặc toàn bộ bề mặt có sự nối dây của bảng nối dây mềm được tạo ra, và trong đó sự nối dây được tạo ra trên nền mềm dẻo, được phủ bằng màng phủ chồng theo điểm 12.

14. Bảng nối dây mềm theo điểm 13, trong đó sự nối dây là sự nối dây đồng được mạ

thiếu.

15. Phương pháp sản xuất bảng nối dây mềm được phủ bằng màng phủ chống, phương pháp này bao gồm bước (1) và bước (3) và, bước (2) sau đây, nếu cần:

bước (1)

in chế phẩm có thể hóa rắn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10 lên ít nhất một phần của kiểu nối dây của bảng nối dây mềm để tạo ra màng in trên kiểu nối dây này,

bước (2)

cho màng in thu được trong bước (1) vào môi trường ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C để làm bay hơi một phần hoặc toàn bộ dung môi trong màng in,

bước (3)

gia nhiệt màng in thu được trong bước (1) hoặc màng in thu được trong bước (2) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100 đến 170°C để hóa rắn màng này để thu được màng phủ chống.

16. Linh kiện điện tử có màng hóa rắn theo điểm 11.