



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

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

(11)



1-0038509

(51)^{2006.01} C08G 59/56; C08L 63/00; C08G 59/40 (13) B

-
- (21) 1-2019-05002 (22) 16/03/2018
(86) PCT/JP2018/010492 16/03/2018 (87) WO 2018/169059 A1 20/09/2018
(30) 2017-052691 17/03/2017 JP; 2017-052539 17/03/2017 JP
(45) 25/01/2024 430 (43) 25/12/2019 381A
(73) ASAHI KASEI KABUSHIKI KAISHA (JP)
1-1-2 Yurakucho, Chiyoda-ku, Tokyo 100-0006 Japan
(72) ONIZUKA, Kenzo (JP); OZUMI, Yoshinori (JP); MAEDA, Takanori (JP).
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)
-

(54) CHẾ PHẨM NHỰA NHIỆT RẮN

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa nhiệt rắn, trong đó:

sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút có độ hấp phụ hơi ẩm sau 168 giờ ở nhiệt độ 85°C và độ ẩm 85% RH là 2,5% hoặc nhỏ hơn, và tỷ số giữa hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm và hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 400nm là 2 hoặc nhỏ hơn.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa nhiệt rắn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhựa nhiệt rắn và chế phẩm nhựa nhiệt rắn thường được sử dụng rộng rãi trong nhiều ứng dụng như vật liệu cách điện dùng cho thiết bị điện tử, các linh kiện điện và điện tử, vật liệu gắn kín, vật liệu dính kết, và vật liệu dẫn điện.

Đặc biệt là đối với thiết bị điện tử, do tính năng cao hơn, sự thu nhỏ và làm mỏng, khi chip bán dẫn trở nên nhỏ hơn và được tích hợp và mạch điện trở nên dày đặc hơn, sự cải thiện đáng kể về hiệu suất, sự cải thiện về tính dễ vận chuyển và độ an toàn trong việc sử dụng di động thiết bị điện tử, hoặc tương tự đã được hướng đến.

Các ví dụ về các chế phẩm nhựa nhiệt rắn được sử dụng trong nhiều ứng dụng nêu trên bao gồm các chế phẩm nhựa epoxy. Các ví dụ về phương pháp đóng rắn chế phẩm nhựa epoxy bao gồm phương pháp sử dụng chất đóng rắn amin lỏng trong chế phẩm được gọi là chế phẩm nhựa epoxy hai thành phần (sau đây còn được gọi là "chế phẩm nhựa epoxy hai phần"), mà trong đó hai thành phần, nhựa epoxy và chất đóng rắn, được trộn và đóng rắn khi sử dụng.

Trong khi đó, chế phẩm nhựa epoxy hai phần có thể được đóng rắn một cách thỏa mãn ở nhiệt độ thấp bằng cách sử dụng chất đóng rắn amin lỏng được đề cập trên đây. Tuy nhiên, trước khi sử dụng chế phẩm nhựa epoxy hai phần, cần bảo quản nhựa epoxy và chất đóng rắn riêng, và khi sử dụng, cả hai cần được cân và trộn một cách nhanh chóng và đồng nhất. Ngoài ra, một khi nhựa epoxy và chất đóng rắn được trộn thì thời gian có thể sử dụng sau đó bị hạn chế, và vì vậy, có vấn đề là không thể trộn chúng với lượng lớn trước.

Trong các chế phẩm nhựa epoxy hai phần đã biết, khó đáp ứng tất cả các nhu cầu ở mức khả thi như tính dễ bảo quản, tính dễ xử lý, tần suất pha trộn (hiệu quả sản xuất), khả năng đóng rắn, và các đặc tính vật lý của sản phẩm được đóng rắn, và có vấn đề như vậy nên vẫn còn cần sự cải thiện.

Để đáp ứng các nhu cầu này, một số chế phẩm nhựa epoxy một thành phần (sau đây còn được gọi là "chế phẩm nhựa epoxy một phần") đã được đề xuất.

Các ví dụ về chế phẩm nhựa epoxy một phần như vậy bao gồm các chế phẩm nhựa epoxy một phần mà trong đó chất đóng rắn tiềm tàng như dixyandiamit, phức BF_3 -amin, muối amin, và hợp chất imidazol được cải biến được trộn vào nhựa epoxy.

Tuy nhiên, có vấn đề là các chế phẩm nhựa epoxy một phần này có xu hướng kém về khả năng đóng rắn khi chúng vượt trội về tính ổn định bảo quản, và có xu hướng kém về tính ổn định bảo quản khi chúng vượt trội về khả năng đóng rắn.

Trong các trường hợp như vậy, chất đóng rắn mà được gọi là dạng vi nang, mà trong đó lõi chứa chất đóng rắn amin được phủ bằng vỏ riêng, đã được đề xuất (ví dụ xem tài liệu patent 1).

Hơn nữa, để có thể sử dụng các linh kiện điện tử hoặc tương tự, chế phẩm nhựa epoxy có độ bền nứt được cải thiện đã được đề xuất (ví dụ, xem tài liệu patent 2).

Danh mục tài liệu trích dẫn

Tài liệu patent

Tài liệu patent 1: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2014-51621

Tài liệu patent 2: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2016-130287

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Tài liệu patent 1 bộc lộ chế phẩm nhựa epoxy có tính ổn định bảo quản và khả năng đóng rắn ở nhiệt độ thấp được cải thiện, và Tài liệu patent 2 bộc lộ chế phẩm nhựa epoxy mà có thể thu được sản phẩm được đóng rắn từ đó có hệ số truyền ánh sáng vượt trội và ít xảy ra rạn nứt.

Tuy nhiên, các chế phẩm nhựa epoxy được bộc lộ trong tài liệu đó có vấn đề là độ bám dính các lớp nền hữu cơ, mà gần đây đã bắt đầu được sử dụng nhiều hơn cho các linh kiện điện tử, chỉ vừa đủ và chúng không phù hợp để làm kín các lớp nền hữu cơ.

Theo đó, sáng chế nhằm mục đích đề xuất chế phẩm nhựa epoxy mà có độ bám dính thỏa mãn vào các lớp nền hữu cơ và kim loại và có tính dễ xử lý vượt trội.

Cách thức giải quyết vấn đề

Là kết quả của các nghiên cứu tỉ mỉ để giải quyết các vấn đề của tình trạng kỹ thuật nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện thấy rằng chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà sản phẩm được đóng rắn của chúng được đóng rắn trong các điều kiện đóng rắn cụ thể đáp ứng các đặc tính vật lý định trước có thể giải quyết các vấn đề nêu trên, nhờ đó hoàn thiện sáng chế.

Theo đó, sáng chế là như sau:

[1] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn, trong đó:

sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút có:

độ hấp phụ hơi ẩm sau 168 giờ ở nhiệt độ 85°C và độ ẩm tương đối 85% RH là 2,5% hoặc nhỏ hơn; và

tỷ số giữa hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm và hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 400nm là 2 hoặc nhỏ hơn.

[2] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục [1], trong đó:

sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút có:

hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm được đo bằng quang phổ kế là 70% hoặc cao hơn.

[3] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục [1] hoặc [2], còn chứa nhựa epoxy và chất đóng rắn.

[4] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], trong đó:

sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút có:

hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm được đo bằng quang phổ kế là 75% hoặc cao hơn.

[5] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó:

sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút có:

tỷ số giữa hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm và hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 400nm là 1,22 hoặc nhỏ hơn.

[6] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục bất kỳ trong số các mục từ [3] đến [5], trong đó chất đóng rắn gồm:

chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy, có lõi (C) và vỏ (S); và chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h).

[7] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục [6], trong đó:

chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h) là xyanamit và/hoặc hợp chất có trọng lượng phân tử thấp có nhóm hydrazit.

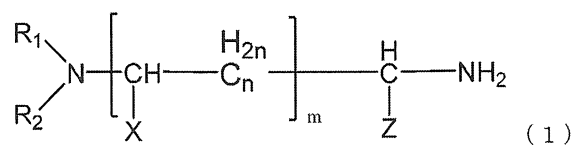
[8] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục [6] hoặc [7], trong đó:

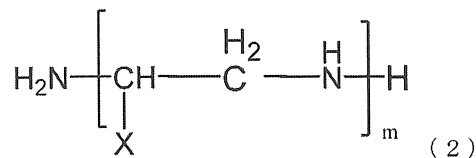
lõi (C) trong chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy bao gồm:

(I): sản phẩm cộng amin (AD) và thành phần của nó, hợp chất amin (A); và

(II): chất đóng rắn (h1) khác ngoài (I) nêu trên.

[9] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục [8], trong đó hợp chất amin (A) là hợp chất amin được thể hiện bằng công thức (1) và/hoặc công thức (2) sau đây:





trong đó mỗi R₁ và R₂ độc lập là nhóm alkyl tùy ý được thể có nhiều hơn hoặc bằng 1 và ít hơn hoặc bằng 8 nguyên tử cacbon, nhóm xycloalkyl tùy ý được thể, hoặc nhóm benzyl tùy ý được thể; mỗi X và Z độc lập là nguyên tử hydro, nhóm alkyl tùy ý được thể có nhiều hơn hoặc bằng 1 và ít hơn hoặc bằng 8 nguyên tử cacbon, nhóm aryl tùy ý được thể, nhóm xycloalkyl tùy ý được thể, hoặc nhóm benzyl tùy ý được thể; và n là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 0 và nhỏ hơn hoặc bằng 8, và m là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 0 và nhỏ hơn hoặc bằng 4.

[10] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục [8] hoặc [9], trong đó (II) nêu trên: chất đóng rắn (h1) khác ngoài (I) nêu trên có trọng lượng phân tử trung bình số là 400 hoặc nhỏ hơn.

[11] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục bất kỳ trong số các mục từ [8] đến [10], trong đó:

chất đóng rắn (h1) là ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm hợp chất amin (A') khác ngoài hợp chất amin (A), nhựa hydrazit và nhựa phenolic.

[12] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục bất kỳ trong số các mục từ [8] đến [11], trong đó sản phẩm cộng amin (AD) gồm sản phẩm cộng amin có ít nhất một nhóm amino bậc ba (d2) được tạo thành từ phản ứng giữa nhựa epoxy (e1) và hợp chất amin có từ 1 đến 15 nguyên tử cacbon.

[13] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục bất kỳ trong số các mục từ [8] đến [12], trong đó:

hợp chất amin (A) có ít nhất một nhóm amino bậc ba.

[14] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục bất kỳ trong số các mục từ [8] đến [13], trong đó:

(II) nêu trên: chất đóng rắn (h1) khác ngoài (I) nêu trên có điểm chảy ở 30°C hoặc cao hơn và 240°C hoặc nhỏ hơn.

[15] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục bất kỳ trong số các mục từ [8] đến [14], trong đó:

hàm lượng của chất đóng rắn (h1) là 0,1% khối lượng hoặc lớn hơn và nhỏ hơn hoặc bằng 50% khối lượng tính theo 100% khối lượng của lõi (C).

[16] Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [15], còn chứa chất độn hữu cơ và/hoặc chất độn vô cơ.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế có thể thu được chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà có độ bám dính các lớp nền hữu cơ và kim loại thỏa mãn và có tính dễ xử lý vượt trội.

Mô tả chi tiết sáng chế

Tiếp theo, cách thức thực hiện sáng chế (sau đây còn được gọi là "phương án của sáng chế") sẽ được mô tả chi tiết.

Phương án của sáng chế là ví dụ mô tả sáng chế và không nhằm giới hạn sáng chế ở các nội dung sau đây. Sáng chế có thể được thực hiện với các cải biến khác nằm trong phạm vi của bản chất sáng chế.

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế là chế phẩm nhựa nhiệt rắn, trong đó sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút có độ hấp phụ hơi ẩm sau 168 giờ ở nhiệt độ 85°C và độ ẩm 85% RH là 2,5% hoặc nhỏ hơn, và tỷ số giữa hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm và hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 400nm là 2 hoặc nhỏ hơn.

Nhựa nhiệt rắn

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế chứa nhựa nhiệt rắn.

Các ví dụ về nhựa nhiệt rắn bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở nhựa epoxy, nhựa melamin, nhựa phenolic, polyeste không no, vinyl este và xyanat este.

Trong số này, nhựa epoxy là tốt hơn từ quan điểm về tính ổn định bảo quản, độ bám dính và độ bền nhiệt.

Nhựa epoxy

Tốt hơn là chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế chứa nhựa epoxy.

Các ví dụ về nhựa epoxy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, miễn là có thể đạt được các hiệu quả của sáng chế, nhựa epoxy hai chức như nhựa epoxy bisphenol A, nhựa epoxy bisphenol F, nhựa epoxy bisphenol AD, nhựa epoxy tetrabromobisphenol A, nhựa epoxy biphenyl, nhựa epoxy tetrametylbiphenyl, nhựa epoxy tetrabromobiphenyl, nhựa epoxy diphenyl ete, nhựa epoxy benzophenon, nhựa epoxy phenyl benzoat, nhựa epoxy diphenyl sulfua, nhựa epoxy diphenyl sulfoxit, nhựa epoxy diphenylsulfon, nhựa epoxy diphenyl disulfua, nhựa epoxy naphtalen, nhựa epoxy anthraxen, nhựa epoxy hydroquinon, nhựa epoxy metylhydroquinon, nhựa epoxy dibutylhydroquinon, nhựa epoxy resorcin, nhựa epoxy metylresorcin, nhựa epoxy catechol và nhựa epoxy N,N-diglycidylanilin; nhựa epoxy ba chức như nhựa epoxy N,N-diglycidylaminobenzen, nhựa epoxy o-(N,N-diglycidylamino)toluen và nhựa epoxy triazin; 1 nhựa epoxy bốn chức như nhựa epoxy tetraglycidylaminophenylmetan và nhựa epoxy diaminobenzen; nhựa epoxy đa chức như nhựa epoxy phenol novolac, nhựa epoxy cresol novolac, nhựa epoxy triphenylmetan, nhựa epoxy tetraphenyletan, nhựa epoxy dicyclopentadien, nhựa epoxy naphtol aralkyl và nhựa epoxy phenol novolac được brom hóa; và nhựa epoxy alixyclic. Ngoài ra, nhựa epoxy thu được bằng cách cải biến nhựa nêu trên với isoxyanat hoặc tương tự có thể được sử dụng kết hợp.

Chất đóng rắn

Tốt hơn là chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế chứa chất đóng rắn.

Các ví dụ về chất đóng rắn bao gồm, nhưng không bị giới hạn cụ thể bởi, miễn là có thể thu được các hiệu quả của sáng chế, chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy mà sẽ được đề cập sau đây, chất đóng rắn amin, chất đóng rắn amit, chất đóng rắn axit anhydrit, chất đóng rắn phenol, chất đóng rắn tiềm tàng và chất đóng rắn xúc tác.

Chất đóng rắn không bị giới hạn bởi các chất nêu trên.

Các ví dụ về amin chất đóng rắn bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở amin béo và amin thơm.

Các ví dụ về amin béo bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở diethylentriamin, triethylentetramin, tetraetylenpentamin, m-dimetylbenzendiamin, trimethylhexametylendiamin, 2-metylpentametylendiamin, isophorondiamin, 1,3-bisaminometylxyclohexan, bis(4-aminoxyclohexyl)metan, nocbocnen diamin và 1,2-diaminoxyclohexan.

Các ví dụ về amin thơm bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở diaminodiphenylmetan, m-phenylendiamin, diaminodiphenylsulfon, diethyltoluendiamin, trimetylen bis(4-aminobenzoat) và poly(tetrametylen oxit-di-p-aminobenzoat).

Các ví dụ về chất đóng rắn amit bao gồm các hợp chất guanidin mà là dixyandiamit và các dẫn xuất của nó, hoặc các loại thu được bằng cách thêm axit anhydrit vào chất đóng rắn amin, các hợp chất hydrazit.

Các ví dụ về chất đóng rắn hydrazit gồm có hợp chất hydrazit bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở dihydrazit axit succinic, dihydrazit axit adipic, dihydrazit axit phthalic, dihydrazit axit isophthalic, dihydrazit axit terephthalic, hydrazit axit p-oxybenzoic, hydrazit axit salixylic, hydrazit axit phenylaminopropionic và dihydrazit axit maleic.

Các ví dụ về chất đóng rắn guanidin gồm có hợp chất guanidin bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở dixyandiamit, metylguanidin, etylguanidin, propylguanidin, butylguanidin, dimetylguanidin, trimetylguanidin, phenylguanidin, diphenylguanidin và toluylguanidin.

Các ví dụ về chất đóng rắn axit anhydrit bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở anhydrit phthalic, anhydrit trimellitic, anhydrit pyromellitic, anhydrit maleic, anhydrit tetrahydrophthalic, anhydrit metyltetrahydrophthalic, anhydrit metylnadic, anhydrit hexahydrophthalic và anhydrit metylhexahydrophthalic.

Các ví dụ về chất đóng rắn phenol bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở nhựa phenol novolac, nhựa cresol novolac, nhựa phenol aralkyl, nhựa cresol aralkyl, nhựa naphthol aralkyl, nhựa phenolic được cải biến biphenyl, nhựa phenol aralkyl được cải biến biphenyl, nhựa phenolic được cải biến dicyclopentadien, nhựa phenolic được cải biến aminotriazin, nhựa naphthol novolac, nhựa naphthol-phenol novolac cùng ngưng tụ, nhựa naphthol-cresol novolac cùng ngưng tụ và nhựa phenolic allyl acrylic.

Các ví dụ về chất đóng rắn tiềm tàng bao gồm các loại thu được bằng cách tạo nang imidazol, dixyandiamit và các dẫn xuất của nó, các chất đóng rắn imidazol tiềm tàng, hoặc các sản phẩm cộng amin. Đối với chất đóng rắn tiềm tàng, các sản phẩm thương mại cũng có thể được sử dụng, và các ví dụ bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các dòng AMICURE như "PN23", "PN40" và "PN-H" (từ Ajinomoto Fine-Techno Co., Inc.), và các dòng Novacure như "HX-3088", "HX-3941" và "HX-3742" (từ ASAHI KASEI E-materials Corp.)

Các ví dụ về chất đóng rắn xúc tác bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các chất xúc tác cation xử lý bằng nhiệt và các phức BF_3 -amin.

Một trong các chất đóng rắn này có thể được sử dụng riêng, hoặc hai hoặc nhiều chất đóng rắn có thể được sử dụng kết hợp.

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế có thể còn chứa chất xúc tác đóng rắn.

Các ví dụ về chất xúc tác đóng rắn bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở chất xúc tác đóng rắn imidazol như 2-metylimidazol, 2-etylimidazol và 2-etyl-4-metylimidazol; chất xúc tác đóng rắn amin bậc ba như 2-(dimethylaminometyl)phenol, 1,5-diazabicyclo[4.3.0]non-5-en và 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-en; chất xúc tác đóng rắn phospho như triphenylphosphin; các muối kim loại axit hữu cơ; axit Lewis; và các muối phức amin.

Các chất xúc tác đóng rắn này có thể xúc tiến thêm phản ứng đóng rắn khi chúng được sử dụng kết hợp với các chất đóng rắn hoặc chất đóng rắn dạng vi nang (H) nêu trên dùng cho nhựa epoxy, mà sẽ được đề cập sau đây.

Ngoài ra, loại chất xúc tác đóng rắn thích hợp có thể được chọn phụ thuộc vào loại chất đóng rắn.

Trong chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế, nếu sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút được bảo quản ở nhiệt độ 85°C và độ ẩm là 85% RH thì độ hấp phụ hơi ẩm được đo sau 168 giờ là 2,5% hoặc nhỏ hơn. Tốt hơn là 2,2% hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 2,0% hoặc nhỏ hơn.

Nếu độ hấp phụ hơi ẩm là 2,5% hoặc nhỏ hơn, được xem là điều này gợi ý sự xúc tiến đủ cho phản ứng giữa các nhóm chức cấu thành nhựa nhiệt rắn, ví dụ, giữa các nhóm epoxy, nhờ đó duy trì lực dính vào kim loại và tỷ suất duy trì của độ bám dính vào kim loại sau khi hấp phụ hơi ẩm.

Trong chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế, độ hấp phụ hơi ẩm có thể được kiểm soát ở 2,5% hoặc nhỏ hơn bằng cách khử các nhóm chức cấu thành nhựa nhiệt rắn, ví dụ các nhóm epoxy còn lại.

Ngoài ra, trong chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế, sản phẩm được đóng rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút có tỷ số giữa hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm và hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 400nm là 2 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 1,5 hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 1,22 hoặc nhỏ hơn.

Ngoài ra, trong chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế, sản phẩm được đóng rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút tốt hơn là có tỷ số giữa hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm và hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 380nm là 2 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 1,75 hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 1,5 hoặc nhỏ hơn.

Khi ở trạng thái nêu trên, sản phẩm được đóng rắn được xem là đồng nhất hoặc có trạng thái cấu trúc được tách pha gần với trạng thái đồng nhất, nhờ đó tăng sự tích thoát ứng suất sau quy trình đóng rắn.

Trong chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế, sản phẩm được đóng rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút được đo hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm bằng quang phổ kế tốt hơn là 70% hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 75% hoặc cao hơn, còn tốt hơn nữa là 77% hoặc cao hơn, và còn tốt hơn nữa là 80% hoặc cao hơn.

Nếu sản phẩm được đóng rắn có hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm là 70% hoặc cao hơn thì sản phẩm được đóng rắn là sản phẩm đồng nhất hoặc sản phẩm được đóng rắn có sự tách vi pha nhỏ và gần với trạng thái đồng nhất trong đó sự tán xạ ánh sáng được ngăn lại, nhờ đó tăng sự tích thoát ứng suất bên trong. Như vậy, chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế có năng lượng mặt phân giới tự do được gia tăng, và độ bám dính vào lớp nền, cụ thể là lớp nền hữu cơ được cải thiện.

Hệ số truyền ánh sáng trong sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế có thể được kiểm soát là 70% hoặc cao hơn và tốt hơn nữa là 75% hoặc cao hơn bằng cách ngăn sự đóng rắn không đồng nhất hoặc bằng cách điều chỉnh vùng đóng rắn.

Như được mô tả trên đây, nếu sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế, do tỷ số giữa hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm và hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 400nm là 2 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 1,22 hoặc nhỏ hơn, thì sản phẩm được đóng rắn là sản phẩm đồng nhất hoặc sản phẩm được đóng rắn có sự tách vi pha nhỏ và gần với trạng thái đồng nhất mà trong đó sự tán xạ ánh sáng được ngăn lại, nhờ đó tăng sự tích thoát ứng suất bên trong. Như vậy, chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế có năng lượng mặt phân giới tự do được gia tăng, và độ bám dính vào lớp nền, cụ thể là lớp nền hữu cơ được cải thiện.

Trong sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế, (hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm / hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 400nm) có thể được kiểm soát là 2 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 1,22 hoặc nhỏ hơn bằng cách ngăn sự đóng rắn không đồng nhất hoặc bằng cách điều chỉnh vùng đóng rắn.

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế tốt hơn là chứa nhựa epoxy và chất đóng rắn, và chất đóng rắn tốt hơn là bao gồm chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy (sau đây còn gọi đơn giản là "chất đóng rắn (H)") và chất đóng rắn (h) dùng cho chất đóng rắn không phải dạng vi nang.

Chất đóng rắn (H) là chất đóng rắn tiềm tàng dạng vi nang có lõi (C) và vỏ (S) bao phủ lõi. Theo đó, có thể thu được các tác dụng cải thiện tính ổn định bảo quản.

Chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h) không bị giới hạn cụ thể, miễn là nó đóng rắn bằng nhiệt nhựa epoxy và sản phẩm được đóng rắn đáp ứng các đặc tính vật lý định trước như được đề cập trên đây, tuy nhiên xem xét tính ổn định bảo quản của chế phẩm nhựa epoxy, các loại mà là chất rắn trong môi trường nhiệt độ trong phòng là được ưu tiên.

Các chất đóng rắn mà là chất rắn ở môi trường nhiệt độ trong phòng có tính tương thích với nhựa epoxy ở nhiệt độ trong phòng thấp hơn so với các chất đóng rắn dạng lỏng, và do tính ổn định bảo quản được cải thiện và thời gian sử dụng được kéo dài, không cần sử dụng chúng đến một ngày, điều này là tốt hơn từ quan điểm về năng suất công nghiệp và tính dễ xử lý.

Chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h) có thể được sử dụng để làm chất đóng rắn nhựa epoxy hạt nhựa bao gồm chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy và chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h) bằng cách trộn nó ở trạng thái thông thường có bán sẵn.

Lưu ý rằng tốt hơn là chất đóng rắn không phải dạng vi nang được phân tán với đường kính hạt mịn trong nhựa epoxy từ quan điểm về khả năng đóng rắn của chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h). Ngoài ra, trước khi làm nó được phân tán bằng cách sử dụng thiết bị phân tán, nếu chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h) được tạo thành ở trạng thái nghiền thô trước bằng cách sử dụng vữa agat hoặc tương tự, thời gian cần để phân tán trong nhựa epoxy có thể được rút ngắn một cách thích hợp.

Phương pháp phân tán và trộn chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h), mà được nghiền như được đề cập trên đây, vào nhựa epoxy như được đề cập trên đây là không bị giới hạn cụ thể, tuy nhiên các ví dụ về phương pháp này bao gồm phương

pháp sử dụng: máy tạo hạt kiểu khô, mà thực hiện sự phân tán bằng cách thêm các hạt cứng, môi trường phân tán và đối tượng được phân tán vào đó mà không có dung môi và thực hiện việc khuấy tốc độ cao để làm vỡ đối tượng cần được phân tán với các hạt cứng và làm cho đường kính hạt nhỏ hơn; máy tạo hạt kiểu ướt, mà thực hiện sự phân tán với cùng nguyên tắc trong dung môi; máy phân tán đều, mà thực hiện sự phân tán bằng cách cho lưỡi dao khuấy trộn quay ở tốc độ cao tiếp xúc với đối tượng cần được phân tán để làm vỡ nó và làm cho đường kính hạt nhỏ hơn; hoặc máy phân tán có ba trục quay mà trong đó ba trục quay được bố trí ở các khoảng cách cực thấp và mỗi trục quay quay ở tốc độ khác nhau và theo các chiều quay khác nhau sao cho đối tượng được phân tán do lực nén gây ra bởi đối tượng được đẩy vào trong khoảng hẹp của các trục quay và sự nghiền cắt do thay đổi tốc độ trong các trục quay.

Cụ thể là, đối với phương pháp phân tán chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h) vào trong nhựa epoxy, phương pháp sử dụng máy phân tán có ba trục quay là được ưu tiên.

Trong trường hợp là máy tạo hạt, các hạt cần được lọc bỏ sau khi phân tán, và trong máy tạo hạt kiểu ướt, sự lựa chọn dung môi mà trong đó chất đóng rắn không phải dạng vi nang không được hòa tan cần được thực hiện và bước làm khô cũng được bao gồm trong đó, và vì vậy, chi phí có xu hướng là cao. Ngược lại, trong trường hợp là máy phân tán có ba trục quay, tốc độ xử lý trên mỗi đơn vị thời gian là nhanh, và không cần loại bỏ các chất không cần thiết như các hạt vi nang vì chỉ nhựa epoxy và chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h) được bao gồm trong đó, và vì vậy có thuận lợi là bước phân tán có thể được thực hiện với chi phí tương đối thấp. Ngoài ra, mức độ phân tán của chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h) có thể được điều chỉnh dễ dàng bằng cách điều chỉnh khoảng cách giữa các trục quay hoặc tốc độ quay mà thích hợp.

Nếu chất đóng rắn bao gồm chất đóng rắn (h) dùng cho chất đóng rắn không phải dạng vi nang nêu trên thì chất đóng rắn (h) dùng cho chất đóng rắn không phải dạng vi nang tốt hơn là xyanamit và/hoặc hợp chất có trọng lượng phân tử thấp có nhóm hydrazit từ quan điểm về độ an toàn.

Trong bản mô tả, hợp chất có trọng lượng phân tử thấp là hợp chất với trọng lượng phân tử là cao hơn hoặc bằng 31 và thấp hơn hoặc bằng 600.

Miễn là có thể thu được các hiệu quả của sáng chế, các ví dụ về xyanamid làm chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h) bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn cụ thể ở, dixyandiamit, metylguanidin, etylguanidin, propylguanidin, butylguanidin, dimethylguanidin, trimethylguanidin, phenylguanidin, diphenylguanidin, toluylguanidin, dixyanodiamidin, (L)-acginin và nitroguanidin. Tốt hơn là đề cập đến dixyandiamit.

Điểm nóng chảy của dixyandiamit là khoảng 208°C, và như vậy, nếu đường kính hạt của nó được làm giảm thành loại hạt mịn và sau đó nó được phân tán vào trong nhựa epoxy sử dụng máy phân tán có ba trục quay thì tính ổn định bảo quản dưới các điều kiện nhiệt độ trong phòng là vượt trội và tính dễ xử lý là thỏa mãn. Hơn nữa, 10 phần khối lượng của dixyandiamit tính theo 100 phần khối lượng của nhựa epoxy có thể tạo ra sản phẩm được đóng rắn với các đặc tính đầy đủ, và vì vậy, hoạt tính của nó với sự có mặt của chất xúc tác là thỏa mãn.

Miễn là có thể thu được các hiệu quả của sáng chế, các ví dụ về hợp chất có trọng lượng phân tử thấp có nhóm hydrazit làm chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h) bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn cụ thể ở, ví dụ như sau đây.

Các ví dụ về hợp chất có một nhóm chức hydrazit trong phân tử bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở hydrazit axit isonicotinic, hydrazit benzensulfonyl, xyanoaxetohydrazit, hydrazit axit nicotinic, 2-nitrobenzohydrazit, formohydrazit, 4-nitrobenzohydrazit, hydrazit axit salixylic, hydrazit axit phenylaxetic, axetohydrazit, hydrazit axit 2-pyridincarboxylic, hydrazit axit p-toluensulfonic, 2-aminobenzoylhydrazit, 4-metoxybenzohydrazit, 4-metylbenzohydrazit, hydrazit axit stearic, 4-aminobenzohydrazit, 4-hydroxybenzohydrazit, 3-metoxybenzohydrazit, hydrazit axit propionic, n-octanohydrazit, hydrazit 2,4,6-trimetylbenzensulfonyl và 4-tert-butylbenzohydrazit.

Các ví dụ về hợp chất có hai nhóm chức hydrazit trong phân tử bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở dihydrazit axit terephthalic, 1,3-diaminoure (carbohydrazit), dihydrazit axit sebaxic, dihydrazit axit oxalic, dihydrazit axit adipic, thiocarbohydrazit,

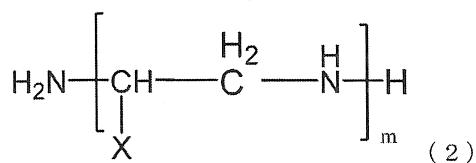
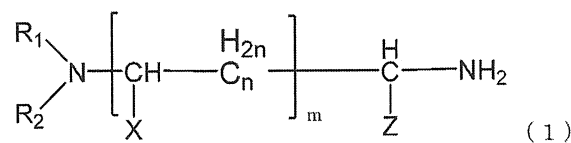
dihydrazit axit isophthalic, dihydrazit axit malonic, dodecan dihydrazit, dihydrazit axit azelaic, dihydrazit axit succinic và dihydrazit axit etylmalonic.

Trong số các hợp chất hydrazit này, hợp chất được ưu tiên là hợp chất có hai nhóm chức hydrazit trong phân tử.

Hơn nữa, hợp chất được ưu tiên là hợp chất có hai nhóm chức hydrazit và điểm nóng chảy là 100°C hoặc cao hơn. Đó là vì nếu hai nhóm chức hydrazit có mặt trong phân tử thì cấu trúc liên kết ngang của nhựa epoxy được tạo thành một cách dễ dàng và hoạt tính được cải thiện. Hơn nữa, nếu điểm nóng chảy là 100°C hoặc cao hơn thì ngay cả khi chất đóng rắn dạng hạt nhựa được tạo thành kết hợp với nhựa epoxy, miễn là chất đóng rắn được bảo quản theo cách thức thông thường, hợp chất hydrazit khó có thể hòa tan trong nhựa epoxy, nhờ đó tạo ra tính ổn định bảo quản vượt trội.

Trong chất đóng rắn, lõi (C) trong chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy tốt hơn là chứa (I): sản phẩm cộng amin (AD) và thành phần của nó, hợp chất amin (A), và (II): chất đóng rắn (h1) khác ngoài (I) nêu trên từ quan điểm về hoạt tính.

Hợp chất amin (A) tốt hơn là hợp chất được thể hiện bằng công thức (1) và/hoặc công thức (2) sau đây, từ quan điểm về việc tạo ra sự đóng rắn đồng nhất hoặc sự tách pha đồng nhất.



Trong các công thức (1) và (2), mỗi R₁ và R₂ độc lập là nhóm alkyl tùy ý được thể có nhiều hơn hoặc bằng 1 và ít hơn hoặc bằng 8 nguyên tử cacbon, nhóm xycloalkyl tùy ý được thể, hoặc nhóm benzyl tùy ý được thể; mỗi X và Z độc lập là nguyên tử hydro, nhóm alkyl tùy ý được thể có nhiều hơn hoặc bằng 1 và ít hơn hoặc

bằng 8 nguyên tử cacbon, nhóm aryl tùy ý được thế, nhóm xycloalkyl tùy ý được thế, hoặc nhóm benzyl tùy ý được thế; và n là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 0 và nhỏ hơn hoặc bằng 8, và m là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 0 và nhỏ hơn hoặc bằng 4.

Các ví dụ về nhóm alkyl tùy ý được thế có nhiều hơn hoặc bằng 1 và ít hơn hoặc bằng 8 nguyên tử cacbon, được thể hiện bằng R_1 và R_2 trong công thức (1) nêu trên, bao gồm, ví dụ, nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm n-propyl, nhóm isopropyl, nhóm xyclopropyl, nhóm n-butyl, nhóm sec-butyl, nhóm tert-butyl, nhóm isobutyl, nhóm n-pentyl, nhóm isopentyl, nhóm neopentyl, nhóm tert-pentyl, nhóm n-hexyl, nhóm isohexyl, nhóm n-heptyl và nhóm n-octyl.

Ngoài ra, các ví dụ về nhóm xycloalkyl tùy ý được thế bao gồm nhóm xyclobutyl, nhóm xyclopentyl, nhóm xyclohexyl, nhóm xycloheptyl và nhóm xyclooctyl.

Các ví dụ về nhóm alkyl tùy ý được thế có nhiều hơn hoặc bằng 1 và ít hơn hoặc bằng 8 nguyên tử cacbon và nhóm xycloalkyl tùy ý được thế, được thể hiện bằng X và Z trong các công thức (1) và (2) nêu trên, mỗi nhóm bao gồm các nhóm được thể hiện ở các ví dụ của R_1 và R_2 .

Ngoài ra, các ví dụ về nhóm aryl tùy ý được thế bao gồm nhóm phenyl, nhóm tolyl và nhóm o-xylyl.

Trong chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế, từ quan điểm về khả năng đóng rắn, và các đặc tính vật lý của sản phẩm được đóng rắn, các ví dụ ưu tiên về hợp chất có công thức (1) nêu trên bao gồm N,N-dimetylaminopropylamin, N,N-dietylaminopropylamin, N,N-dibutylaminopropylamin, N,N-dimetylaminooetylamin, N,N-dietyletylendiamin, N,N-diisopropyletylendiamin, N,N-dibutyletylendiamin, N,N-dimetylaminobutylamin, N,N-dipropylaminopropylamin, N,N-diisopropylaminopropylamin, 4-amino-1-dietylaminopentan, N,N-dimetylmetandiamin, N,N-bis(1-metyletyl)-1,3-propandiamin, N,N-dimetyl-1,2-propandiamin và N,N-dimetyl-1,1-propandiamin.

Ngoài ra, các ví dụ về hợp chất có công thức (2) này bao gồm metylamin, etylamin, propylamin, butylamin, etylendiamin, 1,2-propandiamin, tetrametylendiamin,

1,5-diaminopentan, hexametylendiamin, 2,4,4-trimetylhexametylendiamin, 2,2,4-trietylhexametylendiamin, 1,2-diaminopropan, dietylentriamin, trietylentetramin, tetraetylenpentamin và pentaetylenhexamin.

Sản phẩm cộng amin (AD) thu được bằng phản ứng giữa nhựa epoxy và hợp chất amin (A) và có nhóm amino bậc một và/hoặc bậc hai.

Phương pháp sản xuất sản phẩm cộng amin (AD) không bị giới hạn cụ thể, và xem xét cấu trúc và tương tự của sản phẩm cộng amin (AD) mong muốn thì các điều kiện thích hợp có thể được chọn một cách thích hợp.

Liên quan đến tỷ lệ của nhựa epoxy và hợp chất amin (A), chúng được cho phản ứng sao cho nhóm hydro hoạt tính trong hợp chất amin (A), tính theo 1 đương lượng của nhóm epoxy trong nhựa epoxy, là nằm trong khoảng tốt hơn là nhiều hơn hoặc bằng 0,8 đương lượng và ít hơn hoặc bằng 20 đương lượng, tốt hơn nữa là nhiều hơn hoặc bằng 0,9 đương lượng và ít hơn hoặc bằng 12 đương lượng, và còn tốt hơn nữa là nhiều hơn hoặc bằng 0,95 đương lượng và ít hơn hoặc bằng 10 đương lượng.

Bằng cách cho nhựa epoxy và hợp chất amin (A) phản ứng theo tỷ lệ nêu trên, có thể thu được một cách hiệu quả sản phẩm cộng amin (AD) có mức phân bố trọng lượng phân tử là lớn hơn hoặc bằng 1 và nhỏ hơn hoặc bằng 7.

Hơn nữa, bằng cách thiết lập tỷ lệ của nhóm hydro hoạt tính trong hợp chất amin với 1 đương lượng của nhóm epoxy trong nhựa epoxy ở 20 đương lượng hoặc nhỏ hơn, hợp chất amin (A) chưa phản ứng có thể được phục hồi một cách hiệu quả, mà là vượt trội về hiệu quả kinh tế.

Đối với các điều kiện phản ứng giữa nhựa epoxy và hợp chất amin (A), tốt hơn là cho phép chúng phản ứng ở nhiệt độ từ 50 đến 250°C trong 0,1 đến 10 giờ với sự có mặt của dung môi, nếu cần.

Các ví dụ về dung môi bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các hydrocacbon như benzen, toluen, dimetylbenzen, xyclohexan, rượu khoáng và naphta; keton như axeton, metyl etyl keton (MEK) và metyl isobutyl keton (MIBK); este như etyl axetat,

n-butyl axetat, propylen glycol monometyl ete axetat; rượu như metanol, isopropanol, n-butanol, butyl cellosolve và butyl carbitol; và nước.

Một trong các dung môi này có thể được sử dụng riêng, hoặc hai hoặc nhiều loại dung môi có thể được sử dụng kết hợp.

Tốt hơn là dung môi được sử dụng được loại bỏ khỏi hệ phản ứng qua việc chưng cất hoặc tương tự sau khi phản ứng kết thúc.

Sản phẩm cộng amin (AD) có thể phản ứng với nhựa epoxy và nhựa lỏng nhiệt rắn ở nhiệt độ thấp để phát triển độ bám dính và độ bền trong thời gian dài.

Hơn nữa, sản phẩm cộng amin (AD) cũng có thể được sử dụng để đóng vai trò làm thành phần mà phản ứng với hợp chất isoxyanat, hợp chất hydro hoạt tính, nhựa epoxy và hợp chất amin trong phản ứng tạo thành vỏ (S) bao phủ lõi (C) của chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy, mà góp phần vào tính ổn định bảo quản của chế phẩm nhựa lỏng. Theo cách khác, sản phẩm cộng amin (AD) cũng có thể đóng vai trò làm chất đóng rắn (h1) khác ngoài (I) nêu trên, mà sẽ được đề cập sau đây.

Đối với sản phẩm cộng amin (AD), tốt hơn là gồm sản phẩm cộng amin có ít nhất một nhóm amino bậc ba (d2) thu được qua phản ứng giữa nhựa epoxy (e1) và hợp chất amin có từ 1 đến 15 các nguyên tử cacbon (A), và tốt hơn nữa là hợp chất amin (A) có ít nhất một nhóm amino bậc ba.

Như được đề cập trên đây, nếu sản phẩm cộng amin (AD) gồm sản phẩm cộng amin có ít nhất một nhóm amino bậc ba, hoặc nếu hợp chất amin (A) có ít nhất một nhóm amino bậc hai thì sự cải thiện khả năng đóng rắn dưới điều kiện nhiệt độ là 130°C trong chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế được kỳ vọng.

Tốt hơn là chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy bao gồm (I): sản phẩm cộng amin (AD) và thành phần của nó, hợp chất amin (A), và (II): chất đóng rắn (h1) khác ngoài (I) nêu trên trong lõi (C) cấu thành chất đóng rắn (H).

Các ví dụ về chất đóng rắn (h1) bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn cụ thể ở, các chất đóng rắn amin nêu trên, các chất đóng rắn amit, các chất đóng rắn axit anhydrit, các chất đóng rắn phenol, các chất đóng rắn tiềm tàng và các chất đóng rắn

xúc tác. Tốt hơn nữa là, từ quan điểm về tính ổn định bảo quản và tính trong suốt, một hoặc nhiều chất đóng rắn được chọn từ hợp chất amin (A') khác ngoài hợp chất amin (A), nhựa hydrazit và nhựa phenolic là được ưu tiên.

Hai hoặc nhiều chất đóng rắn (h1) có thể được sử dụng.

Chất đóng rắn (h1) khác ngoài (I) nêu trên tốt hơn là có trọng lượng phân tử trung bình số là 400 hoặc nhỏ hơn.

Tốt hơn là trọng lượng phân tử trung bình số của chất đóng rắn (h1) là 400 hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về việc ngăn sự thoái biến của tính trong suốt sau khi gia nhiệt trong một thời gian dài. Trọng lượng phân tử trung bình số tốt hơn nữa là 380 hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 350 hoặc nhỏ hơn.

Điểm nóng chảy hoặc điểm hóa mềm của chất đóng rắn (h1) tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 30°C và nhỏ hơn hoặc bằng 240°C. Tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 50°C và nhỏ hơn hoặc bằng 230°C, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 70°C và nhỏ hơn hoặc bằng 220°C.

Nếu điểm nóng chảy hoặc điểm hóa mềm là 30°C hoặc cao hơn thì sự cải thiện tính ổn định bảo quản trong thời gian được kỳ vọng, và nếu nó là 240°C hoặc nhỏ hơn thì sự cải thiện về hoạt tính ở nhiệt độ 130°C được kỳ vọng.

Điểm nóng chảy hoặc điểm hóa mềm của chất đóng rắn (h1) có thể được kiểm soát trong khoảng nhiệt độ nêu trên bằng cách kiểm soát độ kết tinh hoặc trọng lượng phân tử.

Tỷ lệ của chất đóng rắn (h1) trong lõi (C) tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,1% khối lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 50% khối lượng. Nếu nó là lớn hơn hoặc bằng 0,1% khối lượng thì tạo ra cấu trúc tách pha nhỏ và độ bám dính vào lớp nền hữu cơ như vậy được cải thiện. Tốt hơn nữa là 0,5% khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 1,0% khối lượng.

Ngoài ra, tốt hơn là tỷ lệ trong lõi (C) là nhỏ hơn hoặc bằng 50% khối lượng vì tính ổn định bảo quản trở nên thỏa mãn. Tỷ lệ này tốt hơn nữa là 40% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 30% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Tốt hơn là đường kính hạt trung bình của lõi (C) trong chất đóng rắn (H) là lớn hơn $0,3\mu\text{m}$ và nhỏ hơn hoặc bằng $12\mu\text{m}$.

Nếu đường kính hạt trung bình của lõi (C) là lớn hơn $0,3\mu\text{m}$ thì có thể thu được một số tác dụng mà có thể ngăn sự tích tụ trong chất đóng rắn, chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy được tạo thành một cách dễ dàng, và tính ổn định bảo quản của chế phẩm nhựa lỏng trở nên đủ về mặt thực hành.

Nếu đường kính hạt trung bình của lõi (C) là $12\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn thì có thể thu được sản phẩm được đóng rắn đồng nhất. Ngoài ra, trên cơ sở pha trộn với chất pha loãng, chất độn, chất màu, chất nhuộm, chất điều chỉnh lưu lượng, chất làm đặc, chất gia cố, chất đỡ khuôn, chất làm ướt, chất làm ổn định, chất làm chậm cháy, chất có hoạt tính bề mặt, dung môi hữu cơ, hạt nhỏ dẫn điện, rượu tinh thể, nhựa khác hoặc tương tự, sự tạo ra chất kết tụ có đường kính hạt lớn có thể được ngăn lại, và có thể thu được độ bền đủ trong thời gian dài của sản phẩm được đóng rắn.

Đường kính hạt trung bình trong bản mô tả này là đường kính hạt trung bình được định nghĩa bằng đường kính trung bình.

Cụ thể hơn, nó là đường kính Stokes được đo bằng phương pháp tán xạ ánh sáng do nhiều xạ tia laze sử dụng máy phân tích cỡ hạt (từ HORIBA, Ltd., "HORIBA LA-920").

Trong bản mô tả này, phương pháp kiểm soát đường kính hạt trung bình của lõi (C) là không bị giới hạn cụ thể, và có thể đề cập đến một số phương pháp. Ví dụ về các phương pháp này bao gồm: phương pháp tạo mẫu đối chứng chính xác trong bước nghiền chất đóng rắn dạng giống như khối dùng cho nhựa epoxy; phương pháp thực hiện bước nghiền thô và bước nghiền mịn làm bước nghiền chất đóng rắn dạng giống như khối dùng cho nhựa epoxy, và còn phân loại nó để thu được các hạt với đường kính hạt trung bình mong muốn sử dụng thiết bị phân loại chính xác; phương pháp phun khô dung dịch chứa chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy mà trong đó chất đóng rắn dạng giống như khối dùng cho nhựa epoxy được hòa tan trong dung môi; và tương tự.

Đối với thiết bị được sử dụng để nghiền, ví dụ, máy nghiền bi, máy nghiền dùng hai đĩa kim loại có răng quay ở hướng ngược nhau, máy tạo hạt, máy nghiền phản lực hoặc tương tự có thể được sử dụng nếu cần, tuy nhiên tốt hơn là sử dụng thiết bị nghiền kiểu tác động.

Các ví dụ về thiết bị nghiền kiểu tác động bao gồm máy nghiền phản lực như máy nghiền phản lực kiểu va chạm các dòng xoáy bột và máy nghiền phản lực đối trọng kiểu va chạm bột. Máy nghiền phản lực là thiết bị mà khiến cho vật liệu rắn va chạm vào nhau qua dòng phản lực tốc độ cao sử dụng không khí hoặc tương tự làm môi trường, để tạo ra các hạt mịn. Các ví dụ về phương pháp kiểm soát chính xác việc nghiền bao gồm phương pháp điều chỉnh nhiệt độ, độ ẩm, lượng được nghiền trên đơn vị thời gian và tương tự trên cơ sở nghiền.

Các ví dụ về phương pháp phân loại chính xác sản phẩm được nghiền bao gồm phương pháp thực hiện việc phân loại sử dụng sàng (ví dụ, sàng tiêu chuẩn 325 lỗ, 250 lỗ hoặc tương tự) hoặc thiết bị phân loại, hoặc phương pháp thực hiện phân loại qua áp lực gió phụ thuộc vào trọng lượng riêng của các hạt, để thu được các đối tượng dạng hạt với các đường kính hạt trung bình định trước bằng các phân loại sau khi nghiền. Các ví dụ về thiết bị phân loại được sử dụng bao gồm thiết bị phân loại kiểu ướt và thiết bị phân loại kiểu khô, tuy nhiên thiết bị phân loại kiểu khô nói chung là được ưu tiên. Các ví dụ về thiết bị phân loại như vậy bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các thiết bị phân loại kiểu khô như "Elbow-Jet" từ Nittetsu Mining Co., Ltd., "Fine Sharp Separator" từ HOSOKAWA MICRON CORPORATION, "Variable Impactor" từ SANKYO DENGYO Corporation, "Spadic classifier" từ SEISHIN ENTERPRISE Co., Ltd., "Donaselec" từ NIPPON DONALDSON, LTD., "YM microcassette" từ YASKAWA & CO., LTD., "Turbo Classifier" từ NISSHIN ENGINEERING INC., các loại thiết bị tách khí khác, các thiết bị tách cỡ micromet, microplex và Accu-Cut.

Các ví dụ về phương pháp trực tiếp tạo ra hạt, thay vì nghiền bao gồm phương pháp phun khô dung dịch chứa chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy mà trong đó chất đóng rắn dạng giống như khối dùng cho nhựa epoxy được hòa tan trong dung môi. Cụ thể là, ví dụ về phương pháp này bao gồm phương pháp hòa tan đều lõi (C) trong dung

môi hữu cơ thích hợp, sau đó phun nó ở trạng thái dung dịch dạng các giọt nhỏ, và cuối cùng làm khô chúng bằng gió nóng hoặc tương tự. Các ví dụ về thiết bị làm khô trong trường hợp này bao gồm thiết bị phun khô thông thường.

Các ví dụ về phương pháp này cũng bao gồm phương pháp hòa tan đều lõi (C) trong dung môi hữu cơ thích hợp, sau đó thêm dung môi nghèo dùng cho lõi (C) trong khi khuấy mạnh dung dịch đồng nhất để tích tụ lõi (C) ở trạng thái hạt mịn, lọc và tách các hạt tích tụ, và cuối cùng làm khô và loại bỏ các dung môi ở nhiệt độ thấp của điểm nóng chảy lõi (C) hoặc nhỏ hơn để thu được lõi (C) với khoảng đường kính hạt mong muốn.

Các ví dụ về phương pháp điều chỉnh đường kính hạt trung bình của lõi (C) ở trạng thái hạt bằng phương pháp khác ngoài cách phân loại bao gồm phương pháp điều chỉnh đường kính hạt trung bình bằng cách trộn nhiều hạt có các đường kính hạt trung bình khác nhau. Ví dụ, trong trường hợp chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy với đường kính hạt lớn, mà sự nghiền và phân loại là khó thì bằng cách thêm chất đóng rắn khác dùng cho nhựa epoxy với đường kính với đường kính hạt nhỏ và trộn chúng với nhau thì có thể thu được chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy với đường kính hạt trung bình trong khoảng nêu trên. Đối với chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy thu được như vậy có thể được phân loại thêm nếu cần.

Các ví dụ về thiết bị trộn như vậy được sử dụng nhằm mục đích trộn các chất dạng hạt bao gồm: máy trộn kiểu thùng chứa quay, mà chỉ quay thùng chứa trong đó đặt các chất dạng hạt cần được trộn; máy trộn kiểu thùng chứa cố định, mà thực hiện việc trộn thông qua việc khuấy cơ học hoặc khuấy bằng dòng khí mà không quay thùng chứa mà trong đó đặt các chất dạng hạt; và máy trộn phức hợp, mà quay thùng chứa mà trong đó đặt các chất dạng hạt và cũng thực hiện việc trộn sử dụng ngoại lực khác.

Hình dạng của lõi (C) là không bị giới hạn cụ thể ở các dạng sau đây, và có thể là dạng bất kỳ trong số, ví dụ, hình cầu, hạt, bột, không đều và tương tự. Trong số các dạng này, dạng hình cầu là tốt hơn từ quan điểm về làm giảm độ nhót của chế phẩm

nhựa epoxy một phần. Lưu ý rằng "hình cầu" cũng bao gồm hình dạng mà trong đó các góc không đều được bo tròn, không phải chính xác là hình cầu.

Chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy tốt hơn là có cấu trúc mà trong đó chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy tốt hơn là có đường kính hạt trung bình lớn hơn $0,3\mu\text{m}$ và $12\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn là lõi (C), và bề mặt của lõi được bao phủ bởi vỏ (S) bao gồm nhựa tổng hợp và/hoặc oxit vô cơ.

Trong số này, từ quan điểm về độ ổn định và khả năng nghiền được trên cơ sở gia nhiệt màng cấu thành vỏ (S), cũng như tính đồng nhất của sản phẩm được đóng rắn, tốt hơn là bao gồm nhựa tổng hợp.

Các ví dụ về nhựa tổng hợp bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở nhựa epoxy, nhựa phenolic, nhựa polyeste, nhựa polyetylen, nhựa nylon, nhựa polystyren và nhựa uretan. Trong số này, tốt hơn là nhựa epoxy, nhựa phenolic và nhựa uretan.

Các ví dụ về nhựa epoxy được sử dụng cho vỏ (S) bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở nhựa epoxy có hai hoặc nhiều nhóm epoxy; nhựa được sản xuất bằng phản ứng giữa nhựa epoxy có hai hoặc nhiều nhóm epoxy và hợp chất có hai hoặc nhiều hydro hoạt tính; và các sản phẩm phản ứng giữa hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm epoxy và hợp chất có một hydro hoạt tính và liên kết đôi cacbon-cacbon.

Trong số này, từ quan điểm về độ ổn định và khả năng đóng rắn nhanh ở nhiệt độ thấp, nhựa được sản xuất bằng phản ứng giữa hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm epoxy và hợp chất có hai hoặc nhiều hydro hoạt tính, cụ thể là sản phẩm phản ứng giữa chất đóng rắn amin và nhựa epoxy có hai hoặc nhiều nhóm epoxy là được ưu tiên. Trong số này, từ quan điểm về độ ổn định của màng và khả năng đóng rắn nhanh ở nhiệt độ thấp, sản phẩm phản ứng giữa chất đóng rắn amin và nhựa epoxy là được ưu tiên.

Các ví dụ về nhựa phenolic bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các chất đa trùng ngưng phenol-formaldehyt, các chất đa trùng ngưng cresol-formaldehyt, các chất đa trùng ngưng resorcinol-formaldehyt, các chất đa trùng ngưng bisphenol A-formaldehyt và sản phẩm được cải biến polyetylenpolyamin của các chất đa trùng ngưng phenol-formaldehyt.

Các ví dụ về nhựa polyeste bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở etylen glycol-axit terephthalic- các chất đa trùng ngưng polypropylen glycol, các chất đa trùng ngưng etylen glycol-butylen glycol-axit terephthalic và các chất đa trùng ngưng axit terephthalic-etylen glycol-polyetylen glycol.

Các ví dụ về nhựa polyetylen bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các sản phẩm copolyme hóa etylen-propylen-rượu vinyl, các sản phẩm copolyme hóa etylen-vinyl axetat và các sản phẩm copolyme hóa etylen-vinyl axetat-axit acrylic.

Các ví dụ về nhựa nylon bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các chất đa trùng ngưng axit adipic-hexametylendiamin, các chất đa trùng ngưng axit sebacic-hexametylendiamin và các chất đa trùng ngưng p-phenylendiamin- axit terephthalic.

Các ví dụ về nhựa polystyren bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các sản phẩm copolyme hóa styren-butadien, các sản phẩm copolyme hóa styren-butadien-acrylonitril, các sản phẩm copolyme hóa acrylonitril-styren-divinylbenzen và các sản phẩm copolyme hóa styren-rượu propenyl.

Các ví dụ về nhựa uretan bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các chất đa trùng ngưng của monome isoxyanat như butyl isoxyanat, xyclohexyl isoxyanat, octadexyl isoxyanat, phenyl isoxyanat, tolylen diisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat, xylylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, tolidin diisoxyanat, naphtalen diisoxyanat và triphenylmetan triisoxyanat, hoặc các chất ngưng tụ hoặc polyme của chúng với rượu đơn hoặc rượu polyhydric. Trong số chúng, nhựa uretan mà là sản phẩm cộng của rượu đơn hoặc rượu polyhydric với monoisoxyanat hoặc isoxyanat đa chức là được ưu tiên.

Các ví dụ về oxit vô cơ bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các hợp chất bo như oxit bo và este borat, silic dioxit và canxi oxit. Trong số này, từ quan điểm về độ ổn định và khả năng nghiền được trên cơ sở gia nhiệt màng, oxit bo là được ưu tiên.

Ngoài ra, vỏ (S) cấu thành chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy tốt hơn là bao gồm sản phẩm phản ứng của hai hoặc nhiều hợp chất isoxyanat, hợp chất hydro hoạt tính, chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy, nhựa epoxy và hợp chất amin.

Hợp chất isoxyanat có thể là loại được bao gồm trong lõi (C) của chất đóng rắn (H).

Các ví dụ về hợp chất hydro hoạt tính bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở nước, các hợp chất có ít nhất một nhóm amino bậc một và/hoặc nhóm amino bậc hai, và các hợp chất có ít nhất một nhóm hydroxy. Ngoài ra, một trong các hợp chất hydro hoạt tính này có thể được sử dụng riêng, hoặc hai hoặc nhiều hợp chất hydro hoạt tính có thể được sử dụng kết hợp.

Các ví dụ về hợp chất có ít nhất một nhóm amino bậc một và/hoặc nhóm amino bậc hai bao gồm các amin béo, xycloamin béo và các amin thơm.

Các ví dụ về amin béo bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở alkylamin như metylamin, etylamin, propylamin, butylamin và dibutylamin; alkylendiamin như etylendiamin, propylendiamin, butylendiamin và hexametylendiamin; polyalkylenpolyamin như dietylentriamin, trietylentetramin và tetraetylenpentamin; polyoxyalkylenpolyamin như polyoxypropylendiamin và polyoxyetylendiamin.

Các ví dụ về xycloamin béo bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở xyclopropylamin, xyclobutylamin, xyclopentylamin, xyclohexylamin và isophorondiamin.

Các ví dụ về amin thơm bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở anilin, toluidin, naphtylamin, diaminodiphenylmetan và diaminodiphenylsulfon.

Các ví dụ về hợp chất có ít nhất một nhóm hydroxy bao gồm các hợp chất rượu và các hợp chất phenol.

Các ví dụ về hợp chất rượu bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở rượu đơn như rượu metyl, rượu propyl, rượu butyl, rượu amyl, rượu hexyl, rượu heptyl, rượu octyl, rượu nonyl, rượu dexyl, rượu undexyl, rượu lauryl, rượu dodexyl, rượu stearyl, rượu eicosyl, rượu allyl, rượu crotyl, rượu propargyl, xyclopentanol, xyclohexanol, rượu benzyl, rượu cinnamyl, ete etylen glycol monometyl, ete etylen glycol monoetyl và ete dietylen glycol monobutyl; rượu polyhydric như etylen glycol, polyetylen glycol, propylen glycol, polypropylen glycol, 1,3-butandiol, 1,4-butandiol, bisphenol A được

hydro hóa, neopentyl glycol, glyxerin, trimetylolpropan và pentaerythritol; và các rượu polyhydric như các hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm hydroxy bậc hai trên mỗi phân tử, thu được bằng phản ứng giữa hợp chất có ít nhất một nhóm epoxy và hợp chất có ít nhất một nhóm hydroxy, nhóm carboxy, nhóm amino bậc một, nhóm amino bậc hai hoặc nhóm thiol. Các hợp chất rượu này có thể là rượu bất kỳ trong số rượu bậc một, rượu bậc hai và rượu bậc ba.

Các ví dụ về hợp chất phenol bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở monophenol như axit carbolic, cresol, xylenol, carvacrol, thymol và naphtol; và polyhydric phenol như catechol, resorcin, hydroquinon, bisphenol A, bisphenol F, pyrogallol, phloroglucin, 2-(dimethylaminometyl)phenol và 2,4,6-tris(dimethylaminometyl)phenol.

Đối với các hợp chất có ít nhất một nhóm hydroxy này, từ quan điểm về trạng thái rắn và sự kháng dung môi, các rượu polyhydric và phenol polyhydric là được ưu tiên, và các rượu polyhydric là được ưu tiên hơn nữa.

Các điều kiện phản ứng để sản xuất sản phẩm phản ứng của bất kỳ hai hoặc nhiều trong số hợp chất isoxyanat, hợp chất hydro hoạt tính, chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy, nhựa epoxy và hợp chất amin làm thành phần của vỏ (S) cấu thành chất đóng rắn (H) như được đề cập trên đây là không bị giới hạn cụ thể, và thông thường khoảng nhiệt độ là từ -10°C đến 150°C và thời gian phản ứng là từ 10 phút đến 12 giờ.

Tỷ lệ pha trộn trong trường hợp mà hợp chất isoxyanat và hợp chất hydro hoạt tính được sử dụng ở dạng (các nhóm isoxyanat trong hợp chất isoxyanat):(hydro hoạt tính trong hợp chất hydro hoạt tính) (tỷ lệ đương lượng) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1:0,1 đến 1:1000.

Phản ứng có thể được thực hiện trong môi trường phân tán định trước nếu cần.

Các ví dụ về môi trường phân tán bao gồm các dung môi, các chất làm dẻo và nhựa.

Các ví dụ về dung môi bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các hydrocacbon như benzen, toluen, dimetylbenzen, xyclohexan, rượu khoáng và naphta; xeton như axeton, metyl etyl xeton (MEK) và metyl isobutyl xeton (MIBK); este như etyl axetat,

n-butyl axetat, propylen glycol monometyl etyl ete axetat; các rượu như metanol, isopropanol, n-butanol, butyl cellosolve và butyl carbitol; và nước. Các ví dụ về chất làm dẻo bao gồm, ví dụ, các chất làm dẻo dieste của axit phtalic như dibutyl phtalat và di(2-ethylhexyl) phtalat; các chất làm dẻo este của điaxit béo như di(2-ethylhexyl) adipat; các chất làm dẻo trieste của axit phosphoric như tricresyl phosphat; và các chất làm dẻo glycol este như polyetylen glycol este.

Các ví dụ về nhựa bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở nhựa silicon, nhựa epoxy và nhựa phenolic.

Trong số nêu trên, phản ứng giữa nhựa epoxy và các chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy thường được thực hiện trong khoảng nhiệt độ từ -10°C đến 150°C , tốt hơn là từ 0°C đến 100°C trong thời gian duy trì từ 1 giờ đến 168 giờ, tốt hơn là từ 2 giờ đến 72 giờ. Ngoài ra, đối với môi trường phân tán, dung môi hoặc chất làm dẻo là được ưu tiên.

Lưu ý rằng tỷ lệ của sản phẩm phản ứng như được đề cập trên đây trong vỏ (S) thường là 1% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn là 50% khối lượng hoặc lớn hơn, và có thể là 100% khối lượng.

Trong chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy, các ví dụ về phương pháp tạo thành vỏ (S) bao phủ bề mặt của lõi (C) bao gồm các phương pháp (1) đến (3) sau đây.

(1) Phương pháp mà trong đó các thành phần của vỏ (S) và các hạt chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy có đường kính hạt trung bình lớn hơn $0,3\mu\text{m}$ và $12\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn được hòa tan và phân tán trong dung môi, mà là môi trường phân tán, và sau đó, độ tan của các thành phần của vỏ (S) trong môi trường phân tán được làm giảm để kết tụ vỏ (S) trên bề mặt của các hạt chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy.

(2) Phương pháp mà trong đó các hạt chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy có đường kính hạt trung bình lớn hơn $0,3\mu\text{m}$ và $12\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn được phân tán trong môi trường phân tán, và các vật liệu để tạo thành vỏ (S) nêu trên được thêm vào môi trường phân tán này để kết tụ vỏ (S) trên các hạt chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy.

(3) Phương pháp mà trong đó các thành phần vật liệu thô để tạo thành vỏ (S) nêu trên được thêm vào môi trường phân tán, và các vật liệu tạo thành vỏ được sản xuất sử dụng bề mặt của các hạt chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy có đường kính hạt trung bình lớn hơn $0,3\mu\text{m}$ và $12\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn làm vị trí phản ứng.

Trong bản mô tả này, các phương pháp (2) và (3) là tốt hơn vì phản ứng và việc bao phủ có thể được thực hiện cùng lúc.

Lưu ý rằng các ví dụ về môi trường phân tán bao gồm các dung môi, các chất làm dẻo và nhựa.

Ngoài ra, đối với các dung môi, các chất làm dẻo và nhựa, các loại được lấy làm ví dụ về dung môi, chất làm dẻo và nhựa mà có thể được sử dụng để thu được sản phẩm phản ứng nêu trên của bất kỳ hai hoặc nhiều hợp chất isoxyanat, hợp chất hydro hoạt tính, chất đóng rắn dùng cho nhựa epoxy, nhựa epoxy và hợp chất amin, có thể được sử dụng.

Phương pháp tách chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy từ môi trường phân tán sau khi tạo thành vỏ (S) bằng phương pháp (2) hoặc (3) là không bị giới hạn cụ thể, tuy nhiên tốt hơn là các vật liệu ban đầu không phản ứng sau khi vỏ (S) được tạo thành được tách và loại bỏ kết hợp với môi trường phân tán. Các ví dụ về phương pháp bao gồm phương pháp loại bỏ môi trường phân tán và các vật liệu tạo thành vỏ không phản ứng qua việc lọc.

Tốt hơn là rửa chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy sau khi môi trường phân tán được loại bỏ. Bằng cách rửa chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy, các vật liệu tạo thành vỏ (S) không phản ứng mà bám vào bề mặt của chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy có thể được loại bỏ.

Phương pháp rửa là không bị giới hạn cụ thể, tuy nhiên có thể thực hiện việc rửa sử dụng môi trường phân tán hoặc dung môi mà trong đó chất đóng rắn dạng vi nang không được hòa tan khi chất đóng rắn ở trạng thái của phân cận bằng cách lọc. Bằng cách làm khô chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy sau khi thực hiện lọc và rửa, có thể thu được chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy ở dạng bột. Phương pháp làm khô là không bị giới hạn cụ thể, tuy nhiên tốt hơn là thực

hiện việc làm khô ở nhiệt độ của điểm nóng chảy hoặc điểm hóa mềm của chất đóng rắn amin dùng cho nhựa epoxy hoặc nhiệt độ thấp hơn, và làm khô dưới áp suất giảm được lấy làm ví dụ. Bằng cách tạo ra chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy dạng bột, quá trình pha trộn với nhựa epoxy có thể dễ dàng được áp dụng. Ngoài ra, thích hợp để sử dụng nhựa epoxy làm môi trường phân tán vì đồng thời với sự tạo thành của vỏ thì có thể tạo thành chế phẩm nhựa lỏng cấu thành nhựa epoxy và chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy.

Lưu ý rằng phản ứng tạo thành vỏ (S) thường được thực hiện trong khoảng nhiệt độ từ -10°C đến 150°C , tốt hơn là từ 0°C đến 100°C cho thời gian phản ứng từ 10 phút đến 72 giờ, tốt hơn là từ 30 phút đến 24 giờ.

Hơn nữa, từ quan điểm về sự cân bằng giữa tính ổn định bảo quản và độ phản ứng, vỏ (S) tốt hơn là có nhóm liên kết urê, mà hấp phụ tia hồng ngoại với số sóng từ 1630 đến 1680cm^{-1} , nhóm liên kết biuret, mà hấp phụ tia hồng ngoại với số sóng từ 1680 đến 1725cm^{-1} , và nhóm liên kết uretan, mà hấp phụ tia hồng ngoại với số sóng từ 1730 đến 1755cm^{-1} .

Nhóm liên kết urê, nhóm liên kết biuret và nhóm liên kết uretan có thể được đo sử dụng quang phổ kế hồng ngoại tuyến biến đổi Fourier (sau đây còn gọi là "FT-IR"). Ngoài ra, liệu vỏ (S) có nhóm liên kết urê, nhóm liên kết biuret hay nhóm liên kết uretan thì có thể xác nhận bằng FT-IR vi mô. Cụ thể là chế phẩm nhựa epoxy lỏng làm chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế được đóng rắn ở nhiệt độ 40°C trong 12 giờ sử dụng chất đóng rắn amin béo được cải biến, và hơn nữa, chế phẩm nhựa epoxy lỏng sau đó được đóng rắn hoàn toàn ở nhiệt độ 120°C trong 24 giờ. Tiếp theo, từ sản phẩm được đóng rắn, mẫu với độ dày từ 5 đến $20\mu\text{m}$ được sản xuất sử dụng dao siêu vi phẫu, và nó được phân tích theo chiều sâu của vỏ (S) bằng FT-IR. Bằng cách quan sát vùng xung quanh của bề mặt của vỏ (S) có thể quan sát được sự có mặt của nhóm liên kết urê, nhóm liên kết biuret hoặc nhóm liên kết uretan.

Ngoài ra, độ dày của vỏ (S) tốt hơn là từ 5nm đến 1000nm , và tốt hơn nữa là từ 10nm đến 100nm .

Nếu độ dày của vỏ (S) là 5nm hoặc lớn hơn thì tính ổn định bảo quản của chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế có thể được cải thiện thêm. Ngoài ra, nếu độ dày của vỏ (S) là 1000nm hoặc nhỏ hơn thì khả năng đóng rắn có thể được cải thiện thêm. Lưu ý rằng độ dày trong bản mô tả này nghĩa là trung bình độ dày của lớp mà có thể đo được bằng kính hiển vi điện tử truyền qua.

Nếu chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế là chế phẩm nhựa epoxy chứa nhựa epoxy và chất đóng rắn, và chất đóng rắn bao gồm các chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy thì hàm lượng của chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy trong chế phẩm nhựa epoxy tính theo 100 phần khối lượng của nhựa epoxy là không bị giới hạn cụ thể, tuy nhiên nó tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1 phần khối lượng hoặc và nhỏ hơn hoặc bằng 300 phần khối lượng, tốt hơn nữa là 5 phần khối lượng hoặc lớn hơn và 200 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 10 phần khối lượng hoặc lớn hơn và 150 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Nếu hàm lượng của chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy tính theo 100 phần khối lượng của nhựa epoxy nằm trong khoảng nêu trên thì trong khi tính ổn định bảo quản, khả năng đóng rắn nhanh ở nhiệt độ thấp và tính thấm thấu qua khoảng trống được cải thiện thêm, độ bền bám dính và độ bền trong thời gian dài của sản phẩm được đóng rắn cũng được cải thiện thêm.

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế có thể còn chứa chất độn hữu cơ và/hoặc chất độn vô cơ nếu cần.

Các ví dụ về chất độn hữu cơ bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở chất độn hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm các nhựa dẻo nhiệt và các chất đàn hồi dẻo nhiệt như copolyme ba khối, sợi cacbon, xenluloza, bột polyetylen và bột polypropylen.

Các ví dụ về chất độn vô cơ bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở oxit silic ngưng tụ, oxit silic tinh thể, oxit nhôm, bột talc, oxit silic nitrat hóa, nhôm nitrat hóa, nhựa than đá, sợi thủy tinh, sợi amian, sợi bo, bột thạch anh, muối khoáng silicat, mica, bột amian và bột đá phiến.

Các chất độn này có chức năng thay đổi tính nhớt đàn hồi của chế phẩm nhựa nhiệt rắn để tối ưu hóa độ nhớt, mô đun tích và các đặc tính xúc biến, và còn có các

chức năng cải thiện độ bền chống gãy của sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn và làm giảm độ co đóng rắn của nó.

Hàm lượng của chất độn trong chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế là không bị giới hạn cụ thể miễn là nó nằm trong khoảng mà có thể thu được hiệu quả theo phương án của sáng chế. Thông thường, hàm lượng này tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 90% khối lượng chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế. Nếu hàm lượng của chất độn nằm trong khoảng nêu trên thì chế phẩm nhựa nhiệt rắn có xu hướng có độ nhớt đủ thấp và khả năng dễ xử lý vượt trội.

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế còn có thể chứa, ngoài các thành phần nêu trên, chất pha loãng, chất pha loãng hoạt tính, chất pha loãng không hoạt tính, chất màu, chất nhuộm, chất điều chỉnh lưu lượng, chất làm đặc, chất gia cố, chất đỡ khuôn, chất làm ướt, chất làm chậm cháy, chất có hoạt tính bề mặt, dung môi hữu cơ, hạt nhỏ dẫn điện, rượu tinh thể, nhựa hoặc tương tự nếu cần.

Đối với chất pha loãng, nó không bị giới hạn ở các chất sau đây, ví dụ các chất pha loãng hoạt tính và các chất pha loãng không hoạt tính có thể được sử dụng.

Các ví dụ về chất pha loãng hoạt tính bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở cresol, etylphenol, propylphenol, p-butylphenol, p-amylphenol, hexylphenol, octylphenol, nonylphenol, dodecylphenol, octadecylphenol hoặc terpenephénol.

Ngoài ra, các ví dụ về chất pha loãng không hoạt tính bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn cụ thể ở, dioctyl phtalat, dibutyl phtalat và rượu benzyl.

Các ví dụ về chất tạo màu bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở cao lanh, nhôm oxit trihydrat, nhôm hydroxit, bột đá phấn, thạch cao, canxi cacbonat, antimon trioxit, penton, oxit silic, sol khí, litopon, barit và titan dioxit.

Các ví dụ về chất nhuộm bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các chất nhuộm tự nhiên bao gồm các chất có nguồn gốc từ thực vật như cây thiên thảo và cây chàm, và các chất nhuộm có nguồn gốc từ khoáng chất như hoàng thổ và đất đỏ, và các chất nhuộm tổng hợp như alizarin và thuốc nhuộm chàm, cũng như chất nhuộm huỳnh quang.

Các ví dụ về chất cải biến tính chảy bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các chất liên kết silan; các hợp chất titan hữu cơ như titan tetraisopropoxit và titan diisopropoxybis(axetylaxetonat); và các hợp chất ziriconi hữu cơ như ziriconi tetranormalbutoxit và ziriconi tetraaxetylaxetonat.

Các ví dụ về chất làm đặc bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các chất làm đặc từ động vật như gelatin; các chất làm đặc từ thực vật như polysacarit và xenluloza; và các chất làm đặc hóa học tổng hợp như polyacrylic, polyacrylic được cải biến, polyete, polyete được cải biến uretan và carboxymetyl xenluloza.

Các ví dụ về chất gia cố bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở bột polyetylsulfon như "SUMIKAEXCEL PES" từ Sumitomo Chemical Co., Ltd.; các hạt cao su có vỏ lõi được cải biến nhóm chức cỡ nano như "Kane Ace MX" từ KANEKA CORPORATION; và các chất gia cố silicon như polyorganosiloxan.

Các ví dụ về chất đỡ khuôn bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các chất đỡ khuôn flo; các chất đỡ khuôn silicon; và các chất đỡ khuôn acrylic gồm copolyme của glycidyl (met)acrylat và este của C₁₆₋₂₂ alkyl (met)acrylat mạch thẳng.

Các ví dụ về chất làm ướt bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các chất làm ướt copolyme polyeste không no có nhóm axit như este của acrylic polyphosphat.

Các ví dụ về chất làm chậm cháy bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở hydroxit kim loại như nhôm hydroxit và magie hydroxit; các chất làm chậm cháy halogen như các hợp chất clo và các hợp chất brom; các chất làm chậm cháy phospho như este phosphat ngưng tụ; các chất làm chậm cháy antimon như antimon trioxit và antimon pentoxit; và các oxit vô cơ như các chất độn oxit silic.

Các ví dụ về chất hoạt động bề mặt bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các chất hoạt động bề mặt anion như các muối của axit alkyl benzensulfonic và các muối axit alkyl polyoxyetylen sulfuric; các chất hoạt động bề mặt cation như các muối amoni alkyl dimetyl; các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính như alkyl dimetyl amin oxit và alkyl carboxy betain; các chất hoạt động bề mặt không ion như rượu mạch thẳng và các este của axit béo có 25 hoặc nhiều hơn các nguyên tử cacbon.

Các ví dụ về dung môi hữu cơ bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở toluen, dimetylbenzen, metyl etyl xeton (MEK), metyl isobutyl xeton (MIBK), etyl axetat và butyl axetat.

Các ví dụ về hạt nhỏ dẫn điện bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở cacbon đen, grafit, cacbon ống nano, fuloren, sắt oxit, vàng, bạc, bột nhôm, bột sắt, nicken, đồng, kẽm, crom, hợp kim hàn, tinh thể kim loại cỡ nano và các hợp chất gian kim.

Các ví dụ về rượu tinh thể bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở 1,2-xyclohexandiol, 1,3-xyclohexandiol, 1,4-xyclohexandiol, pentaerythritol, sorbitol, đường mía và trimetylolpropan.

Các ví dụ về nhựa bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở nhựa polyeste, nhựa polyuretan, nhựa acrylic, nhựa polyete và nhựa melamin, cũng như nhựa epoxy được cải biến như nhựa epoxy được cải biến uretan, nhựa epoxy được cải biến cao su và nhựa epoxy được cải biến alkit.

Các thành phần để được thêm vào có thể được thêm vào với lượng đương lượng chức năng, và ví dụ, chất màu và/hoặc chất nhuộm được thêm vào chế phẩm nhựa epoxy theo phương án của sáng chế với lượng sao cho có thể truyền màu mong muốn.

Trong chế phẩm nhựa epoxy theo phương án của sáng chế, tổng lượng các chất phụ gia tốt hơn là từ 0 đến 20% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 5% khối lượng, và còn tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 3% khối lượng.

Các ứng dụng

Tốt hơn là chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế chứa chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy nêu trên.

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế ví dụ có thể là dạng sệt hoặc màng, có thể được xử lý thành hình dạng mong muốn nếu cần, và có thể được sử dụng trong tất cả các loại ứng dụng (sản phẩm được gia công, v.v.)

Cụ thể là chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế có thể được sử dụng một cách thích hợp làm chất dính, hồ bột liên kết, vật liệu dẫn điện, vật liệu dẫn điện dị hướng, vật liệu cách điện, vật liệu gắn kín, vật liệu phủ, chế phẩm sơn, chất

tấm trước, vật liệu dẫn nhiệt, vật liệu tách dùng cho pin nhiên liệu, vật liệu sơn phủ dùng cho bản mạch in mềm gấp lại được và tương tự.

Sau đây là phần mô tả chi tiết.

Chất dính và hồ bột liên kết là hữu ích cho, mà không bị giới hạn bởi các ứng dụng sau đây, chất dính dạng lỏng, chất dính giống như màng và các vật liệu hàn để.

Phương pháp sản xuất chất dính lỏng không bị giới hạn cụ thể, và các phương pháp đã biết cũng có thể được sử dụng. Các ví dụ về phương pháp này bao gồm phương pháp được mô tả trong Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2000-319620.

Các ví dụ về phương pháp này như sau. Đầu tiên, 100 phần khối lượng nhựa epoxy bisphenol A làm nhựa epoxy, 10 phần khối lượng polymetacrylat (đường kính hạt trung bình: 1 μ m) làm nhựa nhiệt rắn dạng hạt, và 10 phần khối lượng dihydrazit axit isophtalic có đường kính hạt trung bình 2 μ m làm chất đóng rắn dạng hạt được pha trộn và nhào bằng máy trộn. Trong phương pháp này, chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế được thêm vào và được phân tán sao cho nồng độ là 30% khối lượng, và như vậy có thể thu được chất dính lỏng.

Các ví dụ về vật liệu dẫn điện bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các màng dẫn điện và hồ bột dẫn điện.

Ngoài các màng dẫn điện dị hướng, các ví dụ về vật liệu dẫn điện dị hướng bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn cụ thể ở, hồ bột dẫn điện dị hướng.

Phương pháp sản xuất vật liệu dẫn điện là không bị giới hạn cụ thể, và cũng có thể áp dụng các phương pháp đã biết. Các ví dụ về phương pháp này bao gồm phương pháp được mô tả trong Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2000-021236. Cụ thể hơn, các ví dụ về phương pháp này bao gồm phương pháp mà trong đó vật liệu dẫn điện được sử dụng cho màng dẫn điện dị hướng, như các hạt hợp kim hàn; các hạt nicken; các tinh thể kim loại cỡ nano; các hạt thu được bằng cách bao phủ bề mặt của kim loại với kim loại khác; các hạt gradient của đồng và bạc; và các hạt thu được bằng cách bao phủ các hạt nhựa như nhựa styren, nhựa uretan, nhựa melamin, nhựa epoxy, nhựa acrylic, nhựa phenolic và nhựa styren-butadien với màng mỏng dẫn điện bằng vàng,

nicken, bạc, đồng, hợp kim hàn hoặc tương tự, được làm bằng các hạt nhỏ hình cầu với cỡ khoảng từ 1 đến 20 μ m; và các hạt này được thêm chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế; nhựa epoxy rắn khác, nhựa epoxy hoặc tương tự được thêm vào nếu cần; và thực hiện việc trộn và phân tán bằng máy phân tán có ba trục quay để thu được hồ bột dẫn điện dị hướng.

Các ví dụ về vật liệu cách điện bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các màng dính cách điện và hồ bột dính cách điện. Màng dính cách điện, mà là vật liệu cách điện, có thể thu được bằng cách sử dụng màng liên kết nêu trên. Ngoài ra, bằng cách pha trộn chất độn cách điện vào chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế thì có thể thu được hồ bột dính cách điện.

Các ví dụ về vật liệu gắn kín bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở vật liệu gắn kín dạng rắn, vật liệu gắn kín dạng lỏng và vật liệu gắn kín giống như màng. Trong số này, vật liệu gắn kín dạng lỏng là hữu ích làm vật liệu nạp thô, vật liệu bọc kín hoặc vật liệu chắn.

Phương pháp sản xuất vật liệu gắn kín là không bị giới hạn bởi các phương pháp sau đây, và các phương pháp đã biết cũng có thể được áp dụng. Các ví dụ về các phương pháp này bao gồm các phương pháp được bộc lộ trong Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số H05-043661 và Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2002-226675. Cụ thể hơn, có thể thu được vật liệu gắn kín bằng cách trộn đều nhựa epoxy bisphenol A và bột oxit silic hình cầu ngưng tụ, thêm chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế vào đó, và trộn đều chất tạo thành.

Các ví dụ về vật liệu phủ bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở các vật liệu phủ dùng cho các vật liệu điện, các vật liệu bao phủ để che phủ các bản mạch in, và các chế phẩm nhựa dùng để cách điện lớp trung gian của các mạch in.

Phương pháp sản xuất vật liệu phủ là không bị giới hạn cụ thể, và các phương pháp đã biết có thể được sử dụng. Các ví dụ về phương pháp này bao gồm các phương pháp được bộc lộ trong Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số H04-006116, công bố đơn sáng chế Nhật Bản số H07-304931, công bố đơn sáng chế Nhật Bản số H08-064960, công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2003-246838 và tương tự. Cụ thể hơn, chất độn

gồm oxit silic và nhựa epoxy bisphenol A, cũng như nhựa phenoxy, nhựa epoxy được cải biến cao su và tương tự được pha trộn. Chất này được pha trộn thêm với chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế, và 50% dung dịch chứa chất tạo thành được điều chế với metyl etyl xeton (MEK) để thu được vật liệu phủ.

Vật liệu phủ thu được được áp dụng lên trên bề mặt của màng polyimide hoặc tương tự với độ dày 50µm, và sau đó, bằng cách làm khô MEK, có thể thu được vật liệu đã phủ. Màng đã phủ như vậy và lá đồng được xếp chồng và cán mỏng ở nhiệt độ từ 60 đến 150°C. Sau đó, bằng cách đóng rắn bằng nhiệt lớp mỏng tạo thành ở nhiệt độ từ 180 đến 200°C, có thể thu được tấm được cán mỏng có lớp trung gian được phủ vật liệu phủ.

Phương pháp sản xuất chế phẩm sơn là không bị giới hạn cụ thể, và các phương pháp đã biết có thể được áp dụng. Các ví dụ về phương pháp như vậy bao gồm các phương pháp được bộc lộ trong Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số H11-323247, Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2005-113103 và tương tự. Cụ thể hơn, nhựa epoxy bisphenol A, titan dioxit, bột talc và tương tự được pha trộn, và dung môi hỗn hợp gồm metyl isobutyl xeton (MIBK)/dimetylbenzen 1:1 được thêm vào, được khuấy và trộn để thu được nhựa nền. Bằng cách thêm chế phẩm nhựa epoxy vào đó và làm cho nó được phân tán đều thì có thể thu được chế phẩm sơn.

Phương pháp sản xuất chất tẩy trước là không bị giới hạn cụ thể, và các phương pháp đã biết có thể được áp dụng. Các ví dụ về phương pháp như vậy bao gồm các phương pháp được bộc lộ trong Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số H09-071633, Công bố đơn quốc tế số WO 98/044017 và tương tự. Cụ thể hơn, các ví dụ về phương pháp này bao gồm phương pháp tẩy lớp nền gia cố bằng chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế và gia nhiệt sản phẩm tạo thành để thu được chất tẩy trước. Trên cơ sở việc tẩy, dung môi vecni có thể được sử dụng, và các ví dụ về dung môi bao gồm metyl etyl xeton (MEK), axeton, etyl cellosolve, metanol, etanol và rượu isopropyl. Tốt hơn là các dung môi này không còn lại trong chất tẩy trước. Mặc dù loại lớp nền gia cố không bị giới hạn cụ thể, các ví dụ về chúng bao gồm giấy, vải nhám, chiếu thủy tinh không dệt, vải sợi aramit và các polyme tinh thể lỏng.

Tỷ lệ của thành phần chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế và lớp nền gia cố cũng không bị giới hạn cụ thể, tuy nhiên thông thường là chất tẩm trước được điều chế một cách thích hợp sao cho thành phần chế phẩm nhựa nhiệt rắn trong đó là từ 20 đến 80% khối lượng.

Phương pháp sản xuất vật liệu dẫn nhiệt là không bị giới hạn cụ thể, và các phương pháp đã biết có thể được áp dụng. Các ví dụ về phương pháp như vậy bao gồm các phương pháp được bộc lộ trong Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số H06-136244, Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số H10-237410, Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2000-003987 và tương tự. Cụ thể hơn, nhựa epoxy làm nhựa nhiệt rắn, chất đóng rắn phenol novolac làm chất đóng rắn, và bột grafit làm chất độn dẫn nhiệt được pha trộn và nhào đều.

Phương pháp sản xuất vật liệu tách dùng cho pin nhiên liệu là không bị giới hạn cụ thể, và các phương pháp đã biết có thể được áp dụng. Các ví dụ về phương pháp như vậy bao gồm các phương pháp được bộc lộ trong Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2002-332328, Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2004-075954 và tương tự. Cụ thể hơn, sử dụng vật liệu grafit nhân tạo làm vật liệu dẫn điện, và nhựa epoxy, nhựa epoxy biphenyl, nhựa phenolic resol hoặc nhựa phenolic novolac làm nhựa nhiệt rắn, các vật liệu ban đầu được trộn bằng máy trộn. Bằng cách thêm chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế vào hỗn hợp thu được và làm cho nó được phân tán đều thì có thể thu được chế phẩm vật liệu đúc của vật liệu gắn kín dùng cho pin nhiên liệu. Sau đó, bằng cách đúc ép chế phẩm vật liệu đúc này của vật liệu gắn kín dùng cho pin nhiên liệu ở nhiệt độ đúc từ 170 đến 190°C và áp suất đúc từ 150 đến 300 kg/cm² thì có thể thu được vật liệu tách dùng cho pin nhiên liệu mà có tính dẫn điện vượt trội, tính không rò khí thỏa mãn và khả năng gia công đúc vượt trội.

Phương pháp sản xuất vật liệu bao phủ dùng cho bản mạch in mềm gấp lại được là không bị giới hạn cụ thể, và các phương pháp đã biết có thể được áp dụng. Các ví dụ về phương pháp như vậy bao gồm các phương pháp được bộc lộ trong Công bố quốc tế số WO 00/064960, Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2006-137838 và tương tự.

Cụ thể hơn, nhựa epoxy, polybutadien được cải biến carboxy mà được cho phản ứng với nhựa epoxy, các hạt cao su và tương tự được thêm một cách thích hợp để điều chế vật liệu bao phủ dùng cho bản mạch in mềm gấp lại được. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo phương án của sáng chế được thêm vào ở dạng chất xúc tác đóng rắn và được phân tán đều. Sản phẩm tạo thành được hòa tan và phân tán trong MEK (metyl etyl xeton) để điều chế dung dịch chứa vật liệu phủ dùng cho bản mạch in mềm gấp lại được với nồng độ chất rắn là 30% khối lượng. Ngoài ra, axit succinic, giống như axit dicarboxylic, được hòa tan trong nước tinh khiết và dung dịch tạo thành, ở dạng dung dịch nước 5% khối lượng, được thêm vào dung dịch chứa vật liệu bao phủ dùng cho bản mạch in mềm gấp lại được. Màng polyimide có độ dày 65 μ m, dung dịch chứa vật liệu bao phủ dùng cho bản mạch in mềm gấp lại được được dùng để tạo ra độ dày của màng khô là 25 μ m, và sau đó được làm khô ở 150°C trong 20 phút. Theo cách này có thể thu được vật liệu bao phủ dùng cho bản mạch in mềm gấp lại được.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, phương án theo sáng chế sẽ được mô tả dựa vào các ví dụ và các ví dụ so sánh cụ thể, tuy nhiên phương án theo sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ sau đây.

Các phương pháp đo được sử dụng trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được thể hiện sau đây.

Sau đây, "(các) phần" là trên cơ sở khối lượng trừ khi được lưu ý khác.

(1) Tính ổn định bảo quản

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh, mà sẽ được đề cập sau đây, được bảo quản ở nhiệt độ 40°C trong một tuần. Các độ nhớt trước và sau khi bảo quản được đo sử dụng máy đo độ nhớt kiểu BM (25°C).

Tỷ lệ giữa độ nhớt của chế phẩm nhựa nhiệt rắn sau khi bảo quản và độ nhớt của chế phẩm nhựa nhiệt rắn trước khi bảo quản (tỷ lệ tăng độ nhớt) (= độ nhớt sau khi bảo quản/độ nhớt trước khi bảo quản) được tính, và tính ổn định bảo quản được đánh giá dựa trên các tiêu chí sau đây.

A : trường hợp mà tỷ lệ tăng độ nhớt là nhỏ hơn 2.

B : trường hợp mà tỷ lệ tăng độ nhớt là lớn hơn hoặc bằng 2 và nhỏ hơn 5.

C : trường hợp mà tỷ lệ tăng độ nhớt là lớn hơn hoặc bằng 5 và nhỏ hơn 10.

D : trường hợp mà tỷ lệ tăng độ nhớt là lớn hơn hoặc bằng 10.

E : trường hợp mà chế phẩm nhựa epoxy được hóa rắn sau khi bảo quản, và như vậy không thể đo độ nhớt.

(2) Khả năng đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn ở nhiệt độ 130°C

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh, mà sẽ được đề cập sau đây, được giữ trong lò ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút và được cho đóng rắn.

Việc đo nhiệt lượng được thực hiện bằng DSC6220, và tỷ lệ giữa năng suất tỏa nhiệt còn lại của mẫu được đóng rắn sau quy trình đóng rắn trên năng suất tỏa nhiệt của chế phẩm nhựa nhiệt rắn trước khi đóng rắn (= (năng suất tỏa nhiệt còn lại của mẫu được đóng rắn sau khi đóng rắn/năng suất tỏa nhiệt của chế phẩm nhựa nhiệt rắn trước khi đóng rắn) x 100) được tính và được đánh giá theo các tiêu chí sau đây.

A : năng suất tỏa nhiệt còn lại sau khi đóng rắn nhỏ hơn 10%

B : từ 10 đến nhỏ hơn 20%

C : từ 20 đến nhỏ hơn 30%

D : 30% hoặc lớn hơn

(3) Đo độ hấp phụ của chế phẩm nhựa nhiệt rắn

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh, mà sẽ được đề cập sau đây, được giữ trong lò ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút và được cho đóng rắn, và 5 mẫu thử nghiệm (4cm x 4cm x 0,5cm) được tạo ra từ đó và các khối lượng của chúng được đo.

Sau đó, các mẫu thử nghiệm được đặt trong máy đo nhiệt-độ ẩm ở 85°C và độ ẩm 85% RH trong 168 giờ, và sự gia tăng khối lượng được đo và độ hấp phụ được tính.

(4) Hệ số truyền ánh sáng của sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn

Khoảng cách giữa hai đĩa thủy tinh với độ dày 1mm được điều chỉnh bằng miếng đệm dày 1mm. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn trước khi đóng rắn thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh, mà sẽ được đề cập sau đây, được đưa vào giữa và được đóng rắn bằng nhiệt ở 130°C trong 15 phút. Sau đó sử dụng sản phẩm được đóng rắn giống như đĩa của chế phẩm nhựa nhiệt rắn với độ dày 1mm, được kẹp giữa các đĩa thủy tinh, hệ số truyền ánh sáng được đo bằng quang phổ kế (từ JASCO Corporation, V-660) mà không loại bỏ sản phẩm được đóng rắn từ các đĩa thủy tinh.

Trong phương pháp đo, đường cơ sở được đặt ở trạng thái trống, và sau đó, mẫu sản phẩm được đóng rắn được kẹp giữa các đĩa thủy tinh được đặt ở phần mẫu và hai đĩa thủy tinh với khoảng cách 1mm được bố trí miếng đệm được đặt ở phần tham khảo. Sau đó, hệ số truyền ánh sáng ở mỗi bước sóng là 700nm, 380nm và 400nm được đo.

Ngoài ra, tỷ số giữa hệ số truyền ánh sáng ở 700nm và hệ số truyền ánh sáng ở 380nm và tỷ số giữa hệ số truyền ánh sáng ở 700nm và hệ số truyền ánh sáng ở 400nm được tính, và vì các tỷ số giữa các hệ số truyền ánh sáng là 2 hoặc nhỏ hơn, sự thay đổi vùng đóng rắn được đánh giá là không xuất hiện trong cỡ các bước sóng của ánh sáng được truyền.

(5) Thử nghiệm độ bền nhiệt của sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn

Sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn, được sản xuất theo mục (4) nêu trên, được đặt trong lò ở nhiệt độ 150°C và được gia nhiệt. Sau 168 giờ, hệ số truyền ánh sáng ở bước sóng 450nm được đo để tính (hệ số truyền ánh sáng trước khi gia nhiệt) - (hệ số truyền ánh sáng sau khi gia nhiệt), và độ bền nhiệt được đánh giá dựa trên các tiêu chí sau đây.

A : mức giảm hệ số truyền ánh sáng trước và sau khi gia nhiệt là nhỏ hơn 10%

B : từ 10 đến nhỏ hơn 20%

C : từ 20 đến nhỏ hơn 30%

D : giảm 30% hoặc nhiều hơn

Lưu ý rằng nếu hệ số truyền ban đầu là 30% hoặc nhỏ hơn, "-" được thể hiện.

(6) Độ bám dính vào màng polyimide (Thử nghiệm độ bền tróc)

Trên tấm vải nhám-epoxy (20cm x 20cm x 1,5mm) (từ NIHON-MULTI Corporation, FR-4), chế phẩm nhựa nhiệt rắn thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được nhỏ giọt, và sau đó, màng polyimide (từ DU PONT-TORAY CO., LTD., Kapton 500H) được cắt thành 20cm x 20cm x 125 μ m được đặt trên đó, và việc đóng rắn được thực hiện dưới áp suất 2,5kg/cm² và ở điều kiện nhiệt độ 130°C trong 15 phút để thu được sản phẩm được định hình.

Sản phẩm được định hình được cắt thành sản phẩm có độ rộng 2cm và được gia công sao cho màng Kapton rộng 1cm được giữ lại ở trung tâm theo JIS C6484, và sử dụng AGS-H5kN (từ Shimadzu Corp.), phép đo độ bền tróc 90 độ được thực hiện.

Giá trị bằng số của phép đo được dự tính càng lớn thể hiện độ bền càng cao và là hiệu quả.

(7) Độ bám dính vào polyme tinh thể lỏng (Độ bền cắt dính với polyme tinh thể lỏng)

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn được sản xuất trong các ví dụ và các ví dụ so sánh, mà sẽ được đề cập sau đây, được đóng rắn dưới các điều kiện 130°C và 15 phút để thu được sản phẩm được đóng rắn.

Sử dụng sản phẩm được đóng rắn làm đối tượng, độ bền cắt dính khi kéo căng được đo theo JIS K6850.

Đối với chất dính, SUMIKASUPER E6007 LHF (từ Sumitomo Chemical Co., Ltd.) được sử dụng.

Giá trị bằng số của phép đo được dự tính càng lớn thể hiện độ bền càng cao và là hiệu quả.

(8) Tỷ lệ duy trì của độ bền cắt dính trước và sau khi hấp thụ độ ẩm

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn được sản xuất trong các ví dụ và các ví dụ so sánh, mà sẽ được đề cập sau đây, được sử dụng để sản xuất mẫu thử nghiệm theo JIS K6850.

Ngoài ra, đối với chất dính cấu thành mẫu thử nghiệm, chất dính (tấm thép được cán nguội) với độ rộng 25mm x độ dài 100mm x độ dày 1,6mm được sử dụng theo JIS C3141.

Trong buồng nén nhiệt độ cao ST-110B2 mua từ ESPEC CORP. với nhiệt độ bên trong ổn định là 130°C, mẫu thử nghiệm không đóng rắn được đặt vào và gia nhiệt trong 15 phút để đóng rắn, và thu được mẫu thử nghiệm dùng để đo độ bền cắt dính.

Sau 15 phút, mẫu thử nghiệm dùng để đo độ bền cắt dính được lấy ra từ buồng nén nhiệt độ cao, được đặt lại vào môi trường nhiệt độ trong phòng, và được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng.

Sau khi làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, bằng cách sử dụng AGX-5kNX mua từ Shimadzu Corp. với cảm biến tải trọng 5kN và tốc độ 5mm/phút, tải trọng tối đa được đo ở nơi mà bề mặt bám dính của mẫu thử nghiệm dùng cho việc đo độ bền cắt dính bị đứt gãy và mẫu thử nghiệm dùng cho độ bền cắt dính được tách, và độ bền cắt dính được xác định là giá trị thu được bằng cách lấy tải trọng tối đa mà sự tách vỡ xảy ra chia cho diện tích bám dính.

Nếu độ bền cắt dính ngay sau khi đóng rắn bằng nhiệt là nhỏ hơn 9MPa thì độ bền cắt dính ngay sau quy trình đóng rắn được đánh giá là không đủ và "E" được đưa ra, và không thực hiện sự đánh giá thêm.

Đối với các mẫu thử nghiệm ở các ví dụ và các ví dụ so sánh có độ bền cắt dính ngay sau quy trình đóng rắn ở 9MPa hoặc cao hơn, mẫu thử nghiệm dùng cho việc đo độ bền cắt dính ngay sau quy trình đóng rắn được bảo quản trong các môi trường với nhiệt độ là 85°C và độ ẩm tương đối là 85% trong 7 ngày bằng máy đo nhiệt-độ ẩm, PR-1KT mua từ ESPEC CORP. để thực hiện việc xử lý hấp phụ hơi ẩm.

So sánh độ bền cắt dính ngay sau quy trình đóng rắn và độ bền cắt dính sau khi bảo quản mẫu thử nghiệm dưới các môi trường nêu trên và thực hiện xử lý hấp phụ hơi ẩm, tỷ lệ duy trì của độ bền cắt dính sau khi hấp phụ hơi ẩm được xác định bằng cách lấy độ bền cắt dính sau khi xử lý hấp phụ hơi ẩm chia cho độ bền cắt dính ngay sau quy trình đóng rắn và nhân kết quả với 100, và được đánh giá theo các tiêu chí được mô tả sau đây.

Nếu tỷ lệ duy trì là nhỏ hơn 50% thì "C" được đưa ra.

Nếu tỷ lệ duy trì là lớn hơn hoặc bằng 50% và nhỏ hơn 60% thì "B" được đưa ra.

Nếu tỷ lệ duy trì là 60% hoặc cao hơn thì "A" được đưa ra.

Ví dụ sản xuất 1

Sản xuất chất đóng rắn chứa sản phẩm cộng amin (AD-1) và amin tương ứng (A)

680g dung dịch trong đó 1-butanol và toluen được trộn theo tỷ lệ 1/1 (tỷ lệ khối lượng) được bổ sung thêm 557g N,N-dimetylaminopropylamin (trọng lượng phân tử 102) làm hợp chất amin (A), và hỗn hợp tạo thành được khuấy để điều chế dung dịch đồng nhất.

Tiếp theo, 386g dung dịch mà trong đó 1-butanol và toluen được trộn theo tỷ lệ 1/1 (tỷ lệ khối lượng) được bổ sung thêm 1567g (8,38 đương lượng tính theo đương lượng Ep) nhựa epoxy bisphenol A (từ ASAHI KASEI E-materials Corp., "AER 2603", đương lượng epoxy: 187g/đương lượng, tổng hàm lượng clo: 1800 phần triệu, hàm lượng clo có thể thủy phân: 50 phần triệu) được hòa tan làm hợp chất epoxy (B1) để điều chế dung dịch chứa nhựa epoxy bisphenol A.

Trong thân lò phản ứng được trang bị máy khuấy, bộ ngưng tụ và bể dầu để kiểm soát nhiệt độ, dung dịch chứa nhựa epoxy bisphenol A được thêm nhỏ giọt trong hơn 7 giờ vào dung dịch chứa N,N-dimetylaminopropylamin, sử dụng phễu nhỏ giọt ở áp suất cân bằng, trong khoảng nhiệt độ bên trong từ 50 đến 90°C.

Sau khi hoàn thiện việc nhỏ giọt, dung dịch phản ứng tạo thành được gia nhiệt ở 80°C trong 5 giờ để điều chỉnh cấu trúc của sản phẩm cộng amin.

Tiếp theo, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được tăng đến 100°C, và sau đó, trong khi giảm áp suất từ từ, một phần của dung môi được chưng cất từ dung dịch phản ứng.

Tiếp theo, nhiệt độ của dung dịch phản ứng được tăng đến 120°C, và bằng cách giảm áp suất trong thân lò phản ứng cho đến khi áp suất trở thành 10mmHg hoặc nhỏ hơn thì N,N-dimetylaminopropylamin không phản ứng được chưng cất cùng với dung

môi dư từ dung dịch phản ứng để thu được 2008g chất đóng rắn (I) gồm có sản phẩm cộng amin (AD-1 (sản phẩm cộng DMAPA)) và N,N-dimethylaminopropylamin không phản ứng làm hợp chất amin (A).

Chất đóng rắn (I) trong ví dụ sản xuất 1 được định nghĩa là chất đóng rắn (I-1).

Hàm lượng của N,N-dimethylaminopropylamin không phản ứng trong chất đóng rắn (I-1) là 0,07% khối lượng.

Ví dụ sản xuất 2

Sản xuất chất đóng rắn chứa sản phẩm cộng amin (AD-2) và amin tương ứng (A)

Trong dung dịch hỗn hợp chứa 100g dimethylbenzen và 100g rượu isopropyl, 103g diethylentriamin (trọng lượng phân tử: 103) được hòa tan làm hợp chất amin (A). Sau đó, 189g nhựa epoxy bisphenol A (mua từ ASAHI KASEI E-materials Corp., "AER 2603", đương lượng epoxy: 189, tổng hàm lượng clo: 1800 phần triệu, hàm lượng clo thủy phân được: 50 phần triệu) được thêm vào làm hợp chất epoxy (e1) ở nhiệt độ từ 60 đến 100°C và được cho phản ứng.

Tiếp theo, bằng cách gia nhiệt và khử áp chất lỏng phản ứng, các dung môi, dimethylbenzen và rượu isopropyl, được chưng cất từ chất lỏng phản ứng để thu được 265g chất đóng rắn (I) gồm có sản phẩm cộng amin (AD-2 (sản phẩm cộng DETA)) và diethylentriamin không phản ứng làm hợp chất amin (A).

Chất đóng rắn (I) trong ví dụ sản xuất 2 được định nghĩa là chất đóng rắn (I-2).

Hàm lượng của diethylentriamin không phản ứng là 0,005% khối lượng.

Ví dụ sản xuất 3

Sản xuất chất đóng rắn chứa sản phẩm cộng amin (AD-3) và amin tương ứng (A)

Diethylentriamin được thay đổi thành tetraethylentriamin.

Đối với các điều kiện còn lại, việc điều chế được thực hiện theo cùng cách thức như Ví dụ sản xuất 2 để thu được 293g chất đóng rắn (I) gồm có sản phẩm cộng amin (AD-3 (sản phẩm cộng TETA)) và tetraethylentriamin không phản ứng làm hợp chất amin (A).

Chất đóng rắn (I) trong ví dụ sản xuất 3 được định nghĩa là chất đóng rắn (I-3).

Hàm lượng của tetraethylentriamin không phản ứng là 0,007% khối lượng.

Ví dụ sản xuất 4

Sản xuất sản phẩm cộng amin (AD-4)

103g diethylentriamin được thay đổi thành 55g 2-etyl-4-metylimidazol. Đối với các điều kiện khác, việc sản xuất được thực hiện theo cùng cách thức như Ví dụ sản xuất 2 để thu được 258g sản phẩm cộng imidazol (h1-1) (sản phẩm cộng Iz) là sản phẩm cộng amin (AD-4).

Ví dụ sản xuất 5

Sản xuất lõi của chất đóng rắn dùng cho nhựa nhiệt rắn (C-1)

180g chất đóng rắn (I-1) và 20g triethylendiamin (trọng lượng phân tử: 112, số nhóm amino bậc ba: 2, trọng lượng phân tử mỗi nhóm amino bậc ba: 56, điểm nóng chảy: 156°C) làm chất đóng rắn (h1) được nạp vào bình, và thực hiện việc khuấy và trộn cho đến khi hỗn hợp trở nên đồng nhất trong khi gia nhiệt ở 150°C.

Sau đó, chất tạo thành được gom và làm nguội để thu được chất đóng rắn dùng cho nhựa nhiệt rắn ở trạng thái rắn ở nhiệt độ trong phòng.

Chất đóng rắn thu được dùng cho nhựa nhiệt rắn được nghiền thô bằng máy nghiền "Rotoplex" (từ HOSOKAWA MICRON CORPORATION) cho đến khi đường kính hạt trung bình đạt đến khoảng 0,1 đến 2mm để thu được sản phẩm được nghiền thô.

Sản phẩm được nghiền thô tạo thành được nạp vào máy nghiền phản lực dòng khí (từ NISSHIN ENGINEERING INC., "mẫu CJ25") với tốc độ nạp 5,0kg/giờ và nghiền ở áp suất nghiền là 0,6 MPa.s được lặp lại hai lần. Sau đó, thực hiện việc phân loại bằng máy phân loại khí (từ NISSHIN ENGINEERING INC., "Turbo Classifier") để loại bỏ các hạt thô, và thu được sản phẩm được nghiền mịn tạo thành làm chất đóng rắn dùng cho nhựa nhiệt rắn.

Lỗ này của chất đóng rắn dùng cho nhựa nhiệt rắn (C-1) thu được có đường kính hạt trung bình 3,5 μ m.

Các ví dụ sản xuất 6 đến 16

Sản xuất các lỗ của chất đóng rắn dùng cho nhựa nhiệt rắn (C-2) đến (C-12)

Theo Bảng 1 dưới đây, việc sản xuất được thực hiện theo cùng cách thức như Ví dụ sản xuất 5 nêu trên để thu được các lỗ của chất đóng rắn dùng cho nhựa nhiệt rắn (C-2 đến 12).

Các thành phần của các lỗ của chất đóng rắn dùng cho nhựa nhiệt rắn (C-1) đến (C-12) được thể hiện trong Bảng 1 được mô tả sau đây.

Lưu ý rằng đối với các vật liệu được thể hiện trong Bảng 1, các loại sau đây được sử dụng.

HN-5500 (trọng lượng phân tử: 168, mua từ Hitachi Chemical Co., Ltd.)

Triethylendiamin (trọng lượng phân tử: 112,2, thuốc thử của Wako)

Hydrazit axit salixylic (trọng lượng phân tử: 152,2, mua từ Otsuka Chemical Co., Ltd.)

Hydrazit axit isophthalic (trọng lượng phân tử: 194,2, mua từ Otsuka Chemical Co., Ltd.)

1,2,4-Triazol (trọng lượng phân tử: 70, mua từ Otsuka Chemical Co., Ltd.)

N,N-Dimethylxyclohexylamin (trọng lượng phân tử: 127,2, chất phản ứng của Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.)

Nhựa phenolic PS-4326 (trọng lượng phân tử: 2000, mua từ Gunei Chemical Industry Co., Ltd.)

U-CAT SA1 (muối DBU-phenol, trọng lượng phân tử: 360, từ San-Apro Ltd.)

Bảng 1

		C-1	C-2	C-3	C-4	C-5	C-6	C-7	C-8	C-9	C-10	C-11	C-12
Chất đóng rắn (I) (phần khối lượng)	I-1	90	50	50		90	50	45		100			
	I-2		40		50		20					83	5
	I-3			30									
	HN5500								96				
Chất đóng rắn (II) (phần khối lượng)	h-1 (sản phẩm cộng Iz)					5					100	8,5	70
	Trietylendiamin	10	10	5		5		10					
	Hydrazit axit salixylic			10	40		10						25
	Hydrazit axit isophtalic				10			25					
	1,2,4-Triazol			5				20					
	1,2-Metylimidazol											8,5	
	N,N-Dimetylxyclohexylamin						15						
	Nhựa phenolic (PS-4326)						5						
	U-CAT SA1								4				
	Đường kính hạt trung bình (µm)	3,5	4,5	3,7	3,6	4,6	3,4	5,2	-	3,5	2,8	2,9	3,2

Ví dụ 1

140g metylxyclohexan được bổ sung thêm 70g lõi là chất đóng rắn dùng cho nhựa nhiệt rắn (C-1) và được phân tán trong metylxyclohexan. Sau đó, 4,0g nước, 25,2g isophoron diisoxyanat và 6,0g nhựa epoxy bisphenol A (từ ASAHI KASEI E-materials Corp., "AER 2603", đương lượng epoxy: 189, tổng hàm lượng clo: 1800 phần triệu, hàm lượng clo thủy phân được: 50 phần triệu) làm nhựa epoxy được thêm vào, và hỗn hợp tạo thành được cho phản ứng ở nhiệt độ 50°C trong 4 giờ.

Sau khi phản ứng kết thúc, việc lọc, rửa và làm khô được thực hiện để thu được chất đóng rắn dạng vi nang dùng cho nhựa epoxy (H-1).

Sử dụng chất đóng rắn (H-1) dùng cho nhựa epoxy dạng vi nang thu được, chế phẩm nhựa nhiệt rắn được sản xuất theo Bảng 2 sau đây, và việc đánh giá nêu trên sau đó được thực hiện.

Ví dụ 2

150g nhựa epoxy bisphenol A (từ ASAHI KASEI E-materials Corp., "AER 2603", đương lượng epoxy: 189, tổng hàm lượng clo: 1800 phần triệu, hàm lượng clo thủy phân được: 50 phần triệu) làm nhựa epoxy được bổ sung thêm 100g lõi chất đóng rắn dùng cho nhựa nhiệt rắn (C-2) và được phân tán trong đó. Sau đó, 1,0g nước và 5,5g tolylen diisoxyanat được thêm vào, và hỗn hợp tạo thành được cho phản ứng ở nhiệt độ từ 40 đến 50°C trong 3 giờ.

Tiếp theo, trong khi rửa bằng dimetylbenzen, việc lọc và tách được thực hiện, và bằng cách làm khô chất tạo thành thu được chất đóng rắn (H-2) dùng cho nhựa epoxy dạng vi nang.

Sử dụng chất đóng rắn (H-2) dùng cho nhựa epoxy dạng vi nang thu được, chế phẩm nhựa nhiệt rắn được sản xuất theo Bảng 2, và sau đó thực hiện sự đánh giá nêu trên.

Các ví dụ 3 đến 9, các ví dụ so sánh 1 đến 3

Thay vì lõi của chất đóng rắn dùng cho nhựa nhiệt rắn (C-1), sử dụng các lõi của chất đóng rắn dùng cho nhựa nhiệt rắn (C-3) đến (C-12), quy trình sản xuất được

thực hiện theo cùng cách thức như Ví dụ 1 để thu được chất đóng rắn dạng vi nang dùng cho nhựa epoxy (H-3) đến (H-12).

Sử dụng các chất đóng rắn thu được, các chế phẩm nhựa nhiệt rắn được sản xuất theo Bảng 2, và sau đó thực hiện việc đánh giá nêu trên.

Các ví dụ 10 đến 12

Trộn và sử dụng chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy và chất đóng rắn (h) dùng cho chất đóng rắn không phải dạng vi nang, các chế phẩm nhựa nhiệt rắn được sản xuất theo Bảng 2, và sau đó thực hiện việc đánh giá nêu trên.

Đối với các vật liệu được thể hiện trong Bảng 2, các loại sau đây được sử dụng.

Nhựa epoxy

Epoxy bisphenol A: AER 2603 (từ ASAHI KASEI)

Epoxy bisphenol F: EPICLON 830 (từ DIC CORPORATION)

Chất đóng rắn (h)

h-1: dixyandiamit (mua từ TCI)

h-2: hydrazit axit salixylic (mua từ TCI)

h-3: hydrazit axit isophtalic (mua từ TCI)

Bảng 2

Ứng dụng khác	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3
Loại chất đóng rắn (H)	H-1	H-2	H-3	H-4	H-5	H-6	H-7	H-8	H-11	H-1	H-4	H-5	H-9	H-10	H-12			
Loại chất đóng rắn (h)										h-1	h-2	h-3						
Epoxy bisphenol A (phần khối lượng)	100	50		100	100	100		50	100	100	100	50	100	100	50			
Epoxy bisphenol F (phần khối lượng)		50	100				100	50				50			50			
Lượng chất đóng rắn (H) (phần khối lượng)	40	40	30	30	30	40	20	100	30	35	27	20	30	30	30			
Lượng chất đóng rắn (h) (phần khối lượng)										5	3	10						
Đo độ hấp phụ hơi ẩm (%)	1,9	1,9	2,1	2,4	1,8	2,2	2,4	2,5	2,1	2,1	2,5	1,8	2,6	1,4	1,7			
(1) Hệ số truyền ánh sáng ở 700nm (%)	84	86	85	87	76	79	78	82	77	85	88	80	84	67	71			

Ứng dụng khác	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
(2) Hệ số truyền ánh sáng ở 380nm (%)	64	65	61	66	43	51	42	45	38	67	70	51	52	0,1	20
(3) Hệ số truyền ánh sáng ở 400nm (%)	76	79	78	79	70	65	72	79	58	79	81	76	74	19	35
(1)/(2)	1,3 1	1,3 2	1,3 9	1,3 2	1,7 7	1,5 5	1,8 6	1,8 2	2,03	1,2 7	1,2 6	1,5 7	1,62	670,00	3,55
(1)/(3)	1,1 1	1,0 9	1,0 9	1,1 0	1,0 9	1,2 2	1,0 8	1,0 4	1,33	1,0 8	1,0 9	1,0 5	1,14	3,53	2,03
Tính ổn định bảo quản	B	A	A	B	B	D	D	D	A	B	B	B	A	A	B
Khả năng đóng rắn ở 130°C	A	A	A	C	A	B	A	C	B	A	B	A	D	A	B
Thử nghiệm độ bền nhiệt	A	B	B	B	C	B	C	B	D	A	B	B	C	-	C
Thử nghiệm độ bền tróc (N/mm ²)	2,5	2,4	2,2	2,1	1,6	1,7	1,9	1,6	1,3	2,8	2,2	1,7	0,7	1,2	1,2
Độ bền cắt dính đối với polyme tinh thể lỏng (N/mm ²)	12,1	11,9	11,4	10,4	10,1	10,2	11,2	7,1	9,5	14,3	11,5	11,2	2,8	6,7	6,8
Tỷ lệ duy trì độ bền cắt dính trước và sau khi hấp phụ hơi ẩm	A	A	A	B	A	B	B	D	B	A	A	A	B	D	D

Sáng chế dựa trên các đơn sáng chế Nhật Bản được nộp vào ngày 7/3/2017 (Đơn sáng chế Nhật Bản số 2017-052691 và Đơn sáng chế Nhật Bản số 2017-052539), và nội dung của chúng được kết hợp trong bản mô tả này để tham khảo.

Khả năng áp dụng công nghiệp

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo sáng chế có khả năng áp dụng công nghiệp trong các ứng dụng như vật liệu cách điện dùng cho thiết bị điện tử, các linh kiện điện và điện tử, vật liệu gắn kín, chất dính, và vật liệu dẫn điện.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn, bao gồm nhựa epoxy và chất đóng rắn,

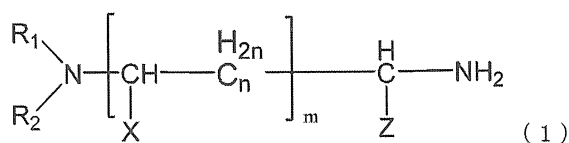
trong đó chất đóng rắn bao gồm chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy có lõi (C) và vỏ (S);

lõi (C) trong chất đóng rắn dạng vi nang (H) dùng cho nhựa epoxy chứa:

(I): sản phẩm cộng amin (AD) và thành phần của nó, hợp chất amin (A); và

(II): chất đóng rắn (h1) khác ngoài (I) nêu trên,

hợp chất amin (A) là hợp chất amin được thể hiện bằng công thức (1) sau đây:



trong đó mỗi R_1 và R_2 độc lập là nhóm alkyl tùy ý được thể có nhiều hơn hoặc bằng 1 và ít hơn hoặc bằng 8 nguyên tử cacbon, nhóm xycloalkyl tùy ý được thể, hoặc nhóm benzyl tùy ý được thể; mỗi X và Z độc lập là nguyên tử hydro, nhóm alkyl tùy ý được thể có nhiều hơn hoặc bằng 1 và ít hơn hoặc bằng 8 nguyên tử cacbon, nhóm aryl tùy ý được thể, nhóm xycloalkyl tùy ý được thể, hoặc nhóm benzyl tùy ý được thể; và n là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 0 và nhỏ hơn hoặc bằng 8, và m là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 0 và nhỏ hơn hoặc bằng 4,

chất đóng rắn (h1) là hợp chất amin (A') khác ngoài hợp chất amin (A),

trong đó sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút có:

độ hấp phụ hơi ẩm sau 168 giờ ở nhiệt độ 85°C và độ ẩm 85% RH là 2,5% hoặc nhỏ hơn; và

tỷ số giữa hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm và hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 400nm là 2 hoặc nhỏ hơn.

2. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, trong đó:

sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút có:

hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm được đo bằng quang phổ kế là 70% hoặc cao hơn.

3. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, trong đó:

sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút có:

hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm được đo bằng quang phổ kế là 75% hoặc cao hơn.

4. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, trong đó:

sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm nhựa nhiệt rắn mà được đóng rắn ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút có:

tỷ số giữa hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 700nm và hệ số truyền ánh sáng với bước sóng 400nm là 1,22 hoặc nhỏ hơn.

5. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, trong đó chất đóng rắn bao gồm:

chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h).

6. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 5, trong đó:

chất đóng rắn không phải dạng vi nang (h) là xyanamit và/hoặc hợp chất có trọng lượng phân tử thấp có nhóm hydrazit.

7. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, trong đó (II) nêu trên: chất đóng rắn (h1) khác ngoài (I) nêu trên có trọng lượng phân tử trung bình số là 400 hoặc nhỏ hơn.

8. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, trong đó sản phẩm cộng amin (AD) bao gồm sản phẩm cộng amin có ít nhất một nhóm amino bậc ba (d2) được tạo thành từ phản ứng giữa nhựa epoxy (e1) và hợp chất amin có từ 1 đến 15 các nguyên tử cacbon.

9. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, trong đó:

hợp chất amin (A) có ít nhất một nhóm amino bậc ba.

10. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, trong đó:

(II) nêu trên: chất đóng rắn (h1) khác ngoài (I) nêu trên có điểm nóng chảy là lớn hơn hoặc bằng 30°C và nhỏ hơn hoặc bằng 240°C.

11 Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, trong đó:

hàm lượng của chất đóng rắn (h1) là lớn hơn hoặc bằng 0,1% khối lượng và nhỏ hơn hoặc bằng 50% khối lượng tính theo 100% khối lượng của lõi (C).

12. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, còn chứa chất độn hữu cơ và/hoặc chất độn vô cơ.

13. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, trong đó hợp chất amin là N,N-dimetylaminopropylamin.

14. Chế phẩm nhựa nhiệt rắn theo điểm 1, trong đó chất đóng rắn (h1) khác ngoài (I) nêu trên là trietylendiamin.