



(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)



1-0039001

(51)^{2022.01} C08J 5/24; C08L 63/00; B32B 27/38; (13) B
C08G 59/14; C08G 59/30; C08G 59/32;
C08G 59/38; C08G 59/40; C08G 59/44;
C08G 59/46; C08G 59/50; C08G 59/60;
C08G 59/68; B32B 27/04; B32B 27/26

(21) 1-2018-02899

(22) 27/12/2016

(86) PCT/JP2016/088876 27/12/2016

(87) WO 2017/126307 27/07/2017

(30) 2016-007708 19/01/2016 JP

(45) 26/02/2024 431

(43) 25/10/2018 367A

(73) MITSUBISHI CHEMICAL CORPORATION (JP)

1-1, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 1008251, Japan

(72) NOHARA Atsushi (JP); SUZUMURA Yasushi (JP).

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

(54) CHẾ PHẨM NHỰA EPOXY, CHẤT TẦM SẴN DÙNG CHO VẬT LIỆU
COMPOSIT ĐƯỢC GIA CƯỜNG BẰNG SỢI, VÀ VẬT LIỆU COMPOSIT ĐƯỢC
GIA CƯỜNG BẰNG SỢI

(57) Chế phẩm nhựa epoxy chứa nhựa epoxy (A) có ít nhất ba nhóm glycidyl trong phân tử, nhựa epoxy (B) có ít nhất một nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử, và hợp chất imidazol (C) chứa ít nhất một 2-phenyl-4,5-dihydroxymetyl imidazol và 2-phenyl-4-metyl-5-hydroxymetyl imidazol.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa epoxy được sử dụng cho chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi, chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi bao gồm chế phẩm nhựa epoxy, và vật liệu composit được gia cường bằng sợi có thể thu được bằng cách đóng rắn chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi.

Tình trạng kỹ thuật được đề cập

Vật liệu composit được gia cường bằng sợi được tạo thành từ sợi gia cường và nhựa nền có khối lượng nhẹ và có các đặc tính cơ học tốt, và do đó, vật liệu composit được gia cường bằng sợi được sử dụng rộng rãi cho các ứng dụng trong ngành hàng không (bộ phận máy bay và bộ phận tương tự), ứng dụng trong xe ô tô (bộ phận xe ô tô), ứng dụng trong thể thao (bộ phận xe đạp và bộ phận tương tự), ứng dụng trong công nghiệp nói chung, và các ứng dụng tương tự. Vật liệu composit được gia cường bằng sợi được thu bằng cách đúc chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi, chất tẩm sẵn là vật liệu trung gian.

Chất tẩm sẵn là vật liệu được tạo thành từ sợi gia cường được tẩm nhựa rắn nhiệt hoặc nhựa dẻo nhiệt. Liên quan đến nhựa dùng cho chất tẩm sẵn, nhựa rắn nhiệt phần lớn được sử dụng theo quan điểm dựa trên độ bền nhiệt và tính chất tương tự của vật liệu composit được gia cường bằng sợi. Trong số đó, theo quan điểm dựa trên việc thu được vật liệu composit được gia cường bằng sợi có độ bền nhiệt tốt, mô đun đàn hồi tốt, độ co khi đóng rắn thấp, độ bền hóa học, và các tính chất tương tự, nhựa epoxy được ưu tiên sử dụng nhất. Cụ thể là, liên quan đến các lĩnh vực sử dụng trong đó cần

độ bền nhiệt, như là ứng dụng trong ngành hàng không và các ứng dụng trong công nghiệp, nhựa epoxy đóng rắn được ở nhiệt độ 180°C được ưu tiên sử dụng.

Ngoài ra, nhựa epoxy đóng rắn được ở nhiệt độ 180°C thông thường cần gia nhiệt ở nhiệt độ 180°C trong 2 giờ hoặc lâu hơn để đóng rắn. Do đó, có một vấn đề là chi phí sản xuất vật liệu composit được gia cường bằng sợi tăng vì: (i) lò nung được sử dụng cho việc đúc chất tẩm sẵn cần có khả năng gia nhiệt thích hợp; (ii) thời gian đúc bị kéo dài; và (iii) vật liệu phụ cũng cần có độ bền nhiệt ở cùng mức.

Về phương pháp giải quyết vấn đề này, ví dụ, phương pháp đóng rắn sơ bộ chế phẩm nhựa epoxy ở nhiệt độ thấp nằm trong khoảng từ 80°C đến 140°C, tháo khuôn sản phẩm đã đóng rắn, và sau đó đóng rắn tiếp sản phẩm đã đóng rắn ở nhiệt độ cao bằng 180°C hoặc cao hơn, đã được biết đến (xem trong tài liệu sáng chế 1).

Ngoài ra, chế phẩm nhựa epoxy có thể đóng rắn nhanh trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C cũng đã được đề xuất (xem trong tài liệu sáng chế 2).

Danh sách tham khảo

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 4396274 B2

Tài liệu sáng chế 1: JP 5682838 B2

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được sáng chế giải quyết

Tuy nhiên, như được mô tả trong tài liệu sáng chế 1, trong trường hợp của phương pháp kết hợp giữa đóng rắn sơ bộ ở nhiệt độ thấp và đóng rắn tiếp ở nhiệt độ cao, vì cần quy trình 2 giai đoạn đúc và đóng rắn nên có một vấn đề là thời gian đúc và thời gian đóng rắn hoặc thời gian xử lý có thể lâu hơn, và do đó chi phí sản xuất bị tăng lên.

Ngoài ra, liên quan đến chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong tài liệu sáng chế 2, khó có thể thu được sản phẩm đã đóng rắn bằng cách gia nhiệt chế phẩm trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C để đạt được độ bền nhiệt và các đặc tính cơ học cần trong các lĩnh vực ngành hàng không, xe ô tô, xe đạp, và lĩnh vực tương tự.

Ngoài ra, vì chất tẩm sẵn cần có thời gian bảo quản lâu đến một mức độ nhất định, chế phẩm nhựa epoxy cũng cần có thời gian sống lâu.

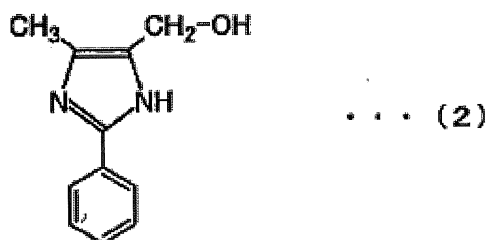
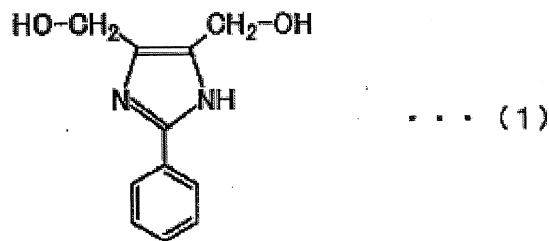
Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa epoxy có thời gian sống lâu mặc dù có khả năng đóng rắn tốc độ cao ở nhiệt độ thấp và cũng tạo ra sản phẩm đã đóng rắn có độ bền nhiệt và các đặc tính cơ học tốt; chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi, chất tẩm sẵn bao gồm chế phẩm nhựa epoxy; và vật liệu composit được gia cường bằng sợi có thể thu được từ chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi.

Phương pháp giải quyết vấn đề

Sáng chế bao gồm các phương án sau đây.

[1] Chế phẩm nhựa epoxy bao gồm nhựa epoxy (A) có ít nhất ba nhóm glycidyl trong phân tử; nhựa epoxy (B) có ít nhất một nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử; và hợp chất imidazol (C) bao gồm ít nhất một trong số 2-phenyl-4,5-dihydroxymetylimidazol được thể hiện bằng công thức (1) sau và 2-phenyl-4-metyl-5-hydroxymetylimidazol được thể hiện bằng công thức (2) sau.

Công thức hóa học 1



[2] Chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong phương án [1], bao gồm sản phẩm phản ứng giữa nhựa epoxy và hợp chất amin có ít nhất một nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử, làm thành phần (B).

[3] Chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong [1] hoặc [2], trong đó hàm lượng thành phần (A) tính theo tổng khối lượng của toàn bộ nhựa epoxy bao gồm trong chế phẩm nhựa epoxy là nằm trong khoảng từ 25% đến 90% khối lượng, và hàm lượng thành phần (B) là nằm trong khoảng từ 10% đến 75% khối lượng.

[4] Chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong phương án bất kỳ từ [1] đến [3], bao gồm 2-phenyl-4,5-dihydroxymetylimidazol làm thành phần (C).

[5] Chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong phương án bất kỳ từ [1] đến [4], trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh dựa trên phép đo nhớt đàn hồi động lực của sản phẩm đã đóng rắn có thể thu được bằng cách gia nhiệt chế phẩm nhựa epoxy trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C bằng 180°C hoặc cao hơn.

[6] Chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong [5], trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh bằng 185°C hoặc cao hơn.

[7] Chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong [5], trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh bằng 190°C hoặc cao hơn.

[8] Chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong phương án bất kỳ từ [1] đến [7], trong đó thời gian sống của chế phẩm nhựa epoxy khi bảo quản ở nhiệt độ 21°C là bốn tuần hoặc lâu hơn.

[9] Chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong phương án bất kỳ từ [1] đến [8], trong đó một nửa giá trị chiều rộng của vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng dựa trên phép đo nhiệt lượng quét vi sai của chế phẩm nhựa epoxy bằng 18°C hoặc thấp hơn.

[10] Chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong phương án bất kỳ từ [1] đến [9], trong đó mức độ đóng rắn dựa trên phép đo nhiệt lượng quét vi sai của sản phẩm đã đóng rắn có thể thu được bằng cách gia nhiệt chế phẩm nhựa epoxy trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C là 94% hoặc cao hơn.

[11] Chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong phương án bất kỳ từ [1] đến [10], được sử dụng trong chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi.

[12] Chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi, chất tẩm sẵn bao gồm chế phẩm nhựa epoxy được mô tả trong phương án bất kỳ từ [1] đến [11], và sợi gia cường.

[13] Vật liệu composit được gia cường bằng sợi, có thể thu được bằng cách đóng rắn chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi được mô tả trong [12].

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, chế phẩm nhựa epoxy có thời gian sống dài mặc dù có thể đóng rắn được tại tốc độ cao ở nhiệt độ thấp và cũng tạo ra sản phẩm đã đóng rắn có độ bền nhiệt và các đặc tính cơ học tốt; chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi, chất tẩm sẵn bao gồm chế phẩm nhựa epoxy; và vật liệu composit

được gia cường bằng sợi có thể thu được từ chất tằm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi, có thể được cung cấp.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các định nghĩa của các thuật ngữ sau đây có thể dùng được đối với bản mô tả sáng chế và yêu cầu bảo hộ.

Thuật ngữ “thời gian sống” nghĩa là khoảng thời gian trong đó độ ổn định độ nhớt trong khoảng nhiệt độ thấp đối với chế phẩm nhựa epoxy có thể được duy trì là dài. Cụ thể là, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của chế phẩm nhựa epoxy có thể được đo bằng cách sử dụng nhiệt lượng kế quét vi sai (ví dụ, do TA Instruments sản xuất, “Q100”), và điểm này được gọi là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh ban đầu. Sau đó, chế phẩm nhựa epoxy được bảo quản trong môi trường ở nhiệt độ 21°C và độ ẩm là 50%, và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của chế phẩm nhựa epoxy được đo tại tần suất một lần một tuần sử dụng nhiệt lượng kế quét vi sai (ví dụ, do TA Instruments sản xuất, “Q100”). Khoảng thời gian trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh được duy trì trong khoảng mà không vượt quá (nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh ban đầu + 10°C) được đề cập là “thời gian sống”.

Thuật ngữ “thời gian bảo quản” nghĩa là đặc tính mà độ dính hoặc tính biến dạng của chất tằm sẵn trong khoảng nhiệt độ thấp được làm ổn định.

“Độ nhớt ở nhiệt độ 30°C của chế phẩm nhựa epoxy” là độ nhớt được đo bằng cách sử dụng máy phân tích nhớt đàn hồi trong các điều kiện bao gồm: đường kính của các tấm song song: 25 mm, khoảng cách tấm: 0,5 mm, vận tốc góc: 10 radian/giây, sức căng: 300 Pa, và nhiệt độ: 30°C.

“Một nửa giá trị chiều rộng của vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng của chế phẩm nhựa epoxy” nghĩa là chiều rộng (°C) theo hướng trục X của đỉnh vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng được đo bằng cách sử dụng nhiệt lượng kế quét vi sai tại vị trí tương ứng với một nửa chiều cao của đỉnh.

“Mức độ đóng rắn của sản phẩm đã đóng rắn” là mức độ đóng rắn được thu bằng cách thu gom từ 1 đến 10 mg các miếng nhựa từ sản phẩm đã đóng rắn được thu bằng cách gia nhiệt chế phẩm nhựa epoxy trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C, làm nóng các miếng nhựa đến nhiệt độ 300°C tại tốc độ gia nhiệt là 10°C/phút sử dụng nhiệt lượng kế quét vi sai, đo giá trị gia nhiệt còn lại, và xác định giá trị bằng công thức (I) sau từ giá trị gia nhiệt đã đo.

Mức độ đóng rắn [%] = (Tổng giá trị gia nhiệt [J/g] của nhựa trước khi đóng rắn - giá trị gia nhiệt còn lại [J/g])/tổng giá trị gia nhiệt [J/g] của nhựa trước khi đóng rắn $\times 100$ (I)

“Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của sản phẩm đã đóng rắn” là nhiệt độ thu được bằng cách cắt vật mẫu có kích cỡ là chiều dài: 55 mm, chiều rộng: 12,7 mm, và độ dày: 2 mm từ sản phẩm đã đóng rắn, đo môđun bảo quản E' trong phương pháp uốn theo ASTM D 7028 sử dụng máy phân tích nhớt đàn hồi động lực trong các điều kiện bao gồm tần suất: 1 Hz và tốc độ gia nhiệt: 5°C/phút, vẽ biểu đồ log E' dựa trên nhiệt độ, và xác định nhiệt độ tại điểm giao nhau giữa đường tiếp tuyến với vùng phẳng trước khi chuyển tiếp log E' và đường tiếp tuyến tại điểm uốn của khoảng chuyển tiếp của log E'.

Chế phẩm nhựa epoxy

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế bao gồm nhựa epoxy (A) có ít nhất ba nhóm glycidyl trong phân tử (sau đây, còn được gọi là “thành phần (A)”); nhựa epoxy (B) có ít nhất một nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử (sau đây, còn được gọi là “thành phần (B)”); và hợp chất imidazol (C) (sau đây, còn được gọi là “thành phần (C)”).

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có thể bao gồm các thành phần khác ngoài thành phần (A), thành phần (B), và thành phần (C) khi cần, mức độ mà hiệu quả theo sáng chế không bị suy yếu. Các ví dụ về các thành phần khác bao gồm nhựa epoxy (D) không phải là thành phần (A) và thành phần (B) (sau đây, còn được gọi là “thành phần

(D)”), chất đóng rắn (E) (sau đây, còn được gọi là “thành phần (E)”), và thành phần (F) tùy ý (sau đây, còn được gọi là “thành phần (F)”).

Thành phần (A)

Thành phần (A) là nhựa epoxy có ít nhất ba nhóm glycidyl trong phân tử.

Thành phần (A) là thành phần mang lại độ bền nhiệt cần bởi sản phẩm đã đóng rắn của chế phẩm nhựa epoxy.

Các ví dụ về thành phần (A) bao gồm nhựa epoxy loại tetraglycidylamin, nhựa epoxy loại triglycidylaminophenol, nhựa epoxy loại triglycidyl ete, nhựa epoxy loại phenol-novolac, nhựa epoxy loại cresol-novolac, và nhựa epoxy loại novolac đa chức.

Các loại này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại của chúng có thể được sử dụng trong hỗn hợp.

Các ví dụ về các sản phẩm có bán sẵn trên thị trường của thành phần (A) bao gồm TACTIX (nhãn hiệu đã được đăng ký) 742 (tris(hydroxyphenyl)metan triglycidyl ete), và ARALDITE (nhãn hiệu đã được đăng ký) MY720, MY721, MY9663, MY9634, MY9655, MY0500, MY0510, và MY0600 do Huntsman Advanced Materials LLC sản xuất; jER (nhãn hiệu đã được đăng ký) 1032 H60 (nhựa epoxy loại novolac đa chức), jER (nhãn hiệu đã được đăng ký) 604 và 630 do Mitsubishi Chemical Corporation sản xuất; và SUMI-EPOXY (nhãn hiệu đã được đăng ký) ELM-434 và ELM-100 do Sumitomo Chemical Company, Limited sản xuất.

Thành phần (B)

Thành phần (B) là nhựa epoxy có ít nhất một nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử. Trong khi đó, nhựa epoxy tương ứng với thành phần (A) không được phân loại làm thành phần (B).

Thành phần (B) là thành phần mang lại độ bền nhiệt tốt cho sản phẩm đã đóng rắn, và các ví dụ bao gồm nhựa epoxy loại bisphenol S và nhựa epoxy có khung thio.

Các ví dụ về khung thio bao gồm -S- và -SO₂-.

Ngoài ra, về thành phần (B), dẫn xuất nhựa epoxy có ít nhất một nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử có thể được sử dụng, và ví dụ, sản phẩm phản ứng giữa nhựa epoxy và hợp chất amin có ít nhất một nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử có thể được sử dụng. Bằng cách sử dụng thành phần (B), khả năng đóng rắn của chế phẩm nhựa epoxy ở nhiệt độ 150°C hoặc thấp hơn có thể được tăng, và tính chất tương tự, chế phẩm nhựa epoxy này có thể được tạo ra bằng độ nhớt cần để sử dụng chất tẩm sẵn.

Các ví dụ về nhựa epoxy làm vật liệu thô của sản phẩm phản ứng được mô tả ở trên bao gồm nhựa epoxy loại triglycidyl ete, nhựa epoxy loại phenol-novolac, nhựa epoxy loại cresol-novolac, nhựa epoxy loại novolac đa chức, nhựa epoxy loại biphenyl, nhựa epoxy loại dicyclopentadien, nhựa epoxy loại bisphenol A, nhựa epoxy loại bisphenol F, nhựa epoxy loại bisphenol S, nhựa epoxy loại phenol aralkyl, và nhựa epoxy loại naphthalen.

Các loại này được sử dụng riêng lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại của chúng có thể được sử dụng trong hỗn hợp.

Hợp chất amin làm vật liệu thô của sản phẩm phản ứng được mô tả ở trên không bị giới hạn cụ thể miễn là hợp chất amin có ít nhất một nguyên tử lưu huỳnh trong phân tử, và các ví dụ bao gồm 4,4'-diaminodiphenylsulfon, 3,3'-diaminodiphenylsulfon, và 3,4'-diaminodiphenylsulfon.

Các loại này được sử dụng riêng lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại của chúng có thể được sử dụng trong hỗn hợp.

Về thành phần (B), theo quan điểm có độ dai, độ mềm dẻo, và độ bền nhiệt tốt, sản phẩm phản ứng giữa nhựa epoxy loại bisphenol A và 4,4'-diaminodiphenylsulfon được ưu tiên, và trên hết, sản phẩm phản ứng giữa bisphenol A diglycidyl ete và 4,4'-diaminodiphenylsulfon đặc biệt được ưu tiên hơn.

Về thành phần (B) được mô tả ở trên, một loại hoặc hai hoặc nhiều loại có thể được chọn và được sử dụng một cách thích hợp.

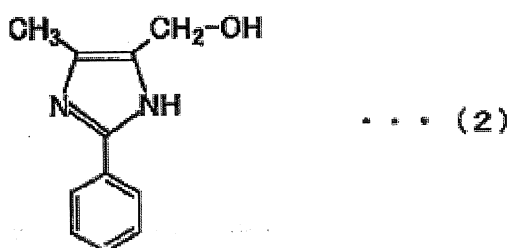
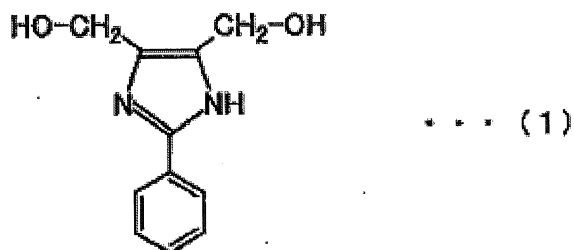
Thành phần (C)

Thành phần (C) là hợp chất imidazol. Hợp chất imidazol là hợp chất có vòng imidazol trong cấu trúc.

Thành phần (C) là chất đóng rắn hoặc chất xúc tác đóng rắn cho nhựa epoxy và là thành phần có thời gian sống tốt ở nhiệt độ trong phòng và đem lại độ bền nhiệt cao cho sản phẩm đã đóng rắn.

Thành phần (C) bao gồm ít nhất một trong số 2-phenyl-4,5-dihydroxymetylimidazol được thể hiện bằng công thức (1) sau (sau đây, còn được gọi là “hợp chất (1)”) và 2-phenyl-4-metyl-5-hydroxymetylimidazol được thể hiện bằng công thức (2) sau (sau đây, còn được gọi là “hợp chất (2)”). Khi thành phần (C) bao gồm ít nhất một hợp chất (1) và hợp chất (2), thời gian sống của chế phẩm nhựa epoxy được kéo dài, và sản phẩm đã đóng rắn đạt được độ bền nhiệt cao.

Công thức hóa học 2



Về thành phần (C), sản phẩm cộng axit 2,4-diamino-6-[2'-metylimidazol-(1')]-etyl-s-triazin, 2,4-diamino-6-[2'-metylimidazol-(1')]-etyl-s-triazin isoxyanuric, và imidazol vi nang, và tương tự cũng có thể được sử dụng trong hỗn hợp, ngoài hợp chất (1) hoặc hợp chất (2) được nêu ở trên.

Các loại này được sử dụng riêng lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại của chúng có thể được sử dụng trong hỗn hợp; ngoài ra, đặc biệt tốt hơn là sử dụng hợp chất (1) một mình.

Các ví dụ về các sản phẩm có bán sẵn trên thị trường của hợp chất (1) bao gồm 2PHZ-PW do SHIKOKU CHEMICALS CORPORATION sản xuất.

Các ví dụ về các sản phẩm có bán sẵn trên thị trường của hợp chất (2) bao gồm 2P4MHZ-PW do SHIKOKU CHEMICALS CORPORATION sản xuất.

Các ví dụ về các sản phẩm có bán sẵn trên thị trường của thành phần (C) không phải là hợp chất (1) và hợp chất (2) bao gồm 2MHZ-PW, 2MZA-PW, và 2MA-OK-PW do SHIKOKU CHEMICALS CORPORATION sản xuất; và HX3742 do Asahi

Kasei E-materials Corporation sản xuất.

Thành phần (D)

Thành phần (D) là nhựa epoxy không phải là nhựa epoxy (A) và thành phần (B) (nhựa epoxy khác).

Thành phần (D) là thành phần mà điều chỉnh độ nhớt của chế phẩm nhựa epoxy, và độ dính và tính biến dạng có thể thu được khi chế phẩm nhựa epoxy được sử dụng để điều chế chất tấm sẵn, và chất tương tự.

Các ví dụ về thành phần (D) bao gồm các hợp chất trước đây được liệt kê dưới dạng các ví dụ của nhựa epoxy làm vật liệu thô của thành phần (B). Đặc biệt là, bisphenol A diglycidyl ete, bisphenol F diglycidyl ete, nhựa epoxy loại đơn chức, và tương tự được ưu tiên.

Các loại này được sử dụng riêng lẻ, hoặc hai hoặc nhiều loại của chúng có thể được sử dụng trong hỗn hợp.

Thành phần (E)

Thành phần (E) là chất đóng rắn đối với nhựa epoxy. Trong khi đó, bất kỳ hợp chất tương ứng với thành phần (C) không được phân loại làm thành phần (E).

Về thành phần (E), dixyandiamit được sử dụng phù hợp theo quan điểm rằng sản phẩm đã đóng rắn có độ ổn định bảo quản, khả năng phản ứng thích hợp, và độ dai cao là có thể thu được.

Các ví dụ về các sản phẩm có bán sẵn trên thị trường của dixyandiamit bao gồm DICY15 và DICY7 do Mitsubishi Chemical Corporation sản xuất; và DYHARD 100M và 100S do AlzChem Group AG sản xuất.

Thành phần (F)

Thành phần (F) là thành phần tùy ý.

Các ví dụ về thành phần (F) bao gồm nhựa dẻo nhiệt và chất phụ gia đã biết (vật liệu nạp hàng đóng gói, chất pha loãng, dung môi, chất tạo màu, chất dẻo hóa, chất ức chế oxy hóa, chất làm ổn định, và chất tương tự).

Nhựa dẻo nhiệt đem lại độ dai cao cho sản phẩm đã đóng rắn của chế phẩm nhựa epoxy, và cũng có tác dụng ngăn chặn độ dính của chế phẩm nhựa epoxy, điều chỉnh độ dính của chất tẩm sẵn đến một mức độ thích hợp, hoặc chặn dòng nhựa ở nhiệt độ cao.

Các ví dụ về nhựa dẻo nhiệt bao gồm nhựa phenoxy, polyvinyl formal, và polyete sulfon.

Các ví dụ về chất tạo màu bao gồm muội than.

Muội than có hiệu quả về việc nhuộm nhựa epoxy đen, che giấu tông màu của nhựa khi nhựa chế phẩm được đúc thành vật liệu composit được gia cường bằng sợi được mô tả bên dưới, và do đó đem lại bề ngoài thỏa đáng.

Các ví dụ về chất làm ổn định cho imidazol bao gồm hợp chất este của axit epoxy-phenol-boric.

Chế phẩm

Hàm lượng thành phần (A) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 25% đến 90% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30% đến 85% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của toàn bộ nhựa epoxy bao gồm trong chế phẩm nhựa epoxy (nghĩa là, tổng lượng của 100% khối lượng thành phần (A), thành phần (B), và thành phần (D)). Khi hàm lượng thành phần (A) là 25% khối lượng hoặc lớn hơn, sản phẩm đã đóng rắn của chế phẩm nhựa epoxy đạt được độ bền nhiệt tăng. Trong khi đó, khi hàm lượng thành phần (A) là 90% khối lượng hoặc nhỏ hơn, khả năng phản ứng ở nhiệt độ 150°C của chế phẩm nhựa epoxy có thể được duy trì một cách thỏa đáng.

Hàm lượng thành phần (B) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10% đến 75% khối

lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15% đến 70% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của toàn bộ nhựa epoxy bao gồm trong chế phẩm nhựa epoxy (nghĩa là, tổng lượng của 100% khối lượng thành phần (A), thành phần (B), và thành phần (D)). Khi hàm lượng thành phần (B) là 10% khối lượng hoặc lớn hơn, khả năng phản ứng ở nhiệt độ 150°C của chế phẩm nhựa epoxy có thể được duy trì một cách thỏa đáng. Trong khi đó, khi hàm lượng thành phần (B) là 75% khối lượng hoặc nhỏ hơn, độ bền nhiệt của chế phẩm nhựa epoxy có thể được duy trì một cách thỏa đáng.

Hàm lượng thành phần (C) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3 đến 10 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3,5 đến 7 phần khối lượng, đối với 100 phần khối lượng của toàn bộ nhựa epoxy bao gồm trong chế phẩm nhựa epoxy (nghĩa là, tổng lượng thành phần (A), thành phần (B), và thành phần (D)). Khi hàm lượng thành phần (C) là 3 phần khối lượng hoặc lớn hơn, tính phản ứng chế phẩm nhựa epoxy và độ bền nhiệt đối với sản phẩm đã đóng rắn có thể đạt được một cách thích hợp. Trong khi đó, khi hàm lượng thành phần (C) là 10 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, độ dài của sản phẩm đã đóng rắn của chế phẩm nhựa epoxy có thể được duy trì một cách thỏa đáng hơn.

Hàm lượng thành phần (D) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0% đến 15% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0% đến 10% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của toàn bộ nhựa epoxy bao gồm trong chế phẩm nhựa epoxy (nghĩa là, tổng lượng của 100% khối lượng của thành phần (A), thành phần (B), và thành phần (D)). Khi hàm lượng thành phần (D) là 15% khối lượng hoặc nhỏ hơn, độ bền nhiệt thích hợp có thể được tạo ra dùng cho sản phẩm đã đóng rắn của chế phẩm nhựa epoxy.

Hàm lượng thành phần (E) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 4 đến 9 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 7 phần khối lượng, đối với 100 phần khối lượng của toàn bộ nhựa epoxy được bao gồm trong chế phẩm nhựa epoxy (nghĩa là, tổng lượng thành phần (A), thành phần (B), và thành phần (D)). Khi hàm

lượng thành phần (E) là 4 phần khối lượng hoặc lớn hơn, nhựa epoxy có thể được đóng rắn một cách thích hợp. Trong khi đó, khi hàm lượng thành phần (E) là 9 phần khối lượng hoặc nhỏ hơn, hiện tượng tẩy trắng của sản phẩm đã đóng rắn do sự tiếp xúc giữa chất đóng rắn không phản ứng và độ ẩm có thể được ngăn chặn.

Độ nhớt

Độ nhớt ở nhiệt độ 30°C của chế phẩm nhựa epoxy tốt hơn là 10.000 Pa.s hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15.000 đến 100.000 Pa.s, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20.000 đến 70.000 Pa.s. Khi độ nhớt ở nhiệt độ 30°C của chế phẩm nhựa epoxy là 10.000 Pa.s hoặc lớn hơn, chất tẩm sẵn thu được có thể có độ dính thích hợp. Khi độ nhớt ở nhiệt độ 30°C của chế phẩm nhựa epoxy là 100.000 Pa.s hoặc nhỏ hơn, chất tẩm sẵn thu được có thể có các đặc tính tính biến dạng thích hợp.

Một nửa giá trị chiều rộng của vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng

Một nửa giá trị chiều rộng của dòng nhiệt (dòng nhiệt) dựa trên phép đo nhiệt lượng quét vi sai tốt hơn là 18°C hoặc thấp hơn, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3°C đến 12°C. Khi một nửa giá trị chiều rộng của vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng bằng 18°C hoặc thấp hơn, khả năng đóng rắn nhanh của chế phẩm nhựa epoxy và độ bền nhiệt của sản phẩm đã đóng rắn trở nên tốt hơn.

Sản phẩm đã đóng rắn

Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh dựa trên phép đo nhớt đàn hồi động lực của sản phẩm đã đóng rắn thu được bằng cách gia nhiệt chế phẩm nhựa epoxy trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C tốt hơn là 180°C hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 185°C hoặc cao hơn, và thậm chí tốt hơn nữa là 190°C hoặc cao hơn. Cụ thể là, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh tốt hơn là nằm trong khoảng từ 180°C đến 240°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 185°C đến 230°C. Khi nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của sản phẩm đã đóng rắn bằng 180°C hoặc cao hơn, sản phẩm đã đóng rắn có độ bền nhiệt thích hợp cho ứng

dụng trong máy bay, ứng dụng trong xe ô tô, và ứng dụng trong xe đạp.

Mức độ đóng rắn dựa trên phép đo nhiệt lượng quét vi sai của sản phẩm đã đóng rắn có thể thu được bằng cách gia nhiệt chế phẩm nhựa epoxy trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C tốt hơn là 94% hoặc cao hơn, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 95% đến 100%. Khi mức độ đóng rắn là 94%, chất tẩm sẵn chứa chế phẩm nhựa epoxy đạt được đủ tính chất đóng rắn đến mức độ cứng để có thể tháo khuôn (khả năng đóng rắn sơ bộ), bằng cách gia nhiệt ở nhiệt độ tương đối thấp bằng 150°C trong thời gian tương đối ngắn.

Hiệu quả hoạt động

Vì chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế được mô tả bên trên bao gồm thành phần (A), thành phần (B), và thành phần (C) cụ thể được mô tả bên trên, chế phẩm nhựa epoxy có khả năng đóng rắn tốc độ cao ở nhiệt độ thấp. Cụ thể là, chất tẩm sẵn chứa chế phẩm nhựa epoxy có tính chất đóng rắn đến mức độ cứng để có thể tháo khuôn (khả năng đóng rắn sơ bộ), bằng cách gia nhiệt ở nhiệt độ 150°C trong 30 phút hoặc thấp hơn.

Ngoài ra, chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế có thời gian sống dài. Cụ thể là, chế phẩm nhựa epoxy có thời gian sống là bốn tuần hoặc dài hơn ở nhiệt độ 21°C. Cụ thể hơn là, tốt hơn là chế phẩm nhựa epoxy có thời gian sống nằm trong khoảng từ 4 đến 24 tuần ở nhiệt độ 21°C.

Ngoài ra, chế phẩm nhựa epoxy tạo ra sản phẩm đã đóng rắn có độ bền nhiệt và các đặc tính cơ học tốt. Liên quan đến độ bền nhiệt, ví dụ, sản phẩm đã đóng rắn có thể có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh bằng 180°C hoặc cao hơn vì đóng rắn sau trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C.

Chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi

Chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi theo sáng

chế bao gồm chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế và sợi gia cường.

Các ví dụ về sợi gia cường bao gồm sợi cacbon, sợi aramid, sợi nylon, sợi polyeste độ bền cao, sợi thủy tinh, sợi bo, sợi alumin, và sợi silic nitrit. Trong số đó, theo quan điểm có khả năng làm chậm ngọn lửa tốt, sợi cacbon, sợi aramid, sợi thủy tinh, sợi bo, sợi alumin, và sợi silic nitrit được ưu tiên, và theo quan điểm có độ bền cụ thể và độ đàn hồi cụ thể tốt, sợi cacbon được đặc biệt ưu tiên.

Các ví dụ về hình dạng của sợi gia cường bao gồm sợi được bố trí theo cùng một hướng, vải dệt thoi, và vải không gấp nếp.

Phần trăm hàm lượng của chế phẩm nhựa epoxy tốt hơn là nằm trong khoảng từ 15% đến 55% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20% đến 50% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi.

Chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi theo sáng chế có thể được tạo ra bằng phương pháp đã biết hoặc phương pháp tương tự, sử dụng chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế và sợi gia cường. Trong khi đó, nhiệt độ đóng rắn (nhiệt độ đóng rắn sơ bộ) đối với chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi nằm trong khoảng từ 140°C đến 160°C.

Liên quan đến chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi theo sáng chế được mô tả ở trên, vì chất tẩm sẵn chứa chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế, chất tẩm sẵn có thời gian bảo quản dài mặc dù có khả năng đóng rắn sơ bộ mà chế phẩm nhựa epoxy được đóng rắn đến mức độ cứng để có thể tháo khuôn ngay cả khi nếu chất tẩm sẵn được đóng rắn ở nhiệt độ tương đối thấp trong thời gian ngắn, và vật liệu composit được gia cường bằng sợi có thể thu được sau khi đúc có độ bền nhiệt và các đặc tính cơ học tốt. Ví dụ, chất tẩm sẵn đạt được tính chất đóng rắn đến mức độ cứng để có thể tháo khuôn (khả năng đóng rắn sơ bộ), bằng cách gia nhiệt trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C và có thời gian bảo quản là bốn tuần hoặc dài hơn ở

nhệt độ 21°C, và vì đóng rắn sau trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C, sản phẩm đã đóng rắn (nhựa nền) có thể có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh bằng 180°C hoặc cao hơn.

Chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi theo sáng chế có thể được đưa vào bước đóng rắn sơ bộ trong khoảng nhiệt độ thấp hơn so với chất tẩm sẵn thông thường, và chi phí cho năng lượng, chi phí cho vật liệu phụ, và tương tự cần để đúc có thể được giảm đến một mức độ lớn.

Vật liệu composit được gia cường bằng sợi

Vật liệu composit được gia cường bằng sợi theo sáng chế được thu bằng cách đóng rắn chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi theo sáng chế.

Vật liệu composit được gia cường bằng sợi theo sáng chế có thể được tạo ra bằng phương pháp đã biết sử dụng chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi theo sáng chế. Ví dụ, phương pháp kẹp chất tẩm sẵn giữa khuôn phía dưới và khuôn phía trên, cả hai đều có hình dạng bề mặt được xác định trước, nén và làm nóng chất tẩm sẵn, và do đó thu được sản phẩm đã đóng rắn có hình dạng được xác định trước, có thể được sử dụng. Nhiệt độ làm nóng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 140°C đến 160°C.

Vì vật liệu composit được gia cường bằng sợi theo sáng chế được tạo thành bằng cách đóng rắn chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi theo sáng chế, vật liệu composit được gia cường bằng sợi có độ bền nhiệt và các đặc tính cơ học tốt.

Chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế tốt hơn là sao cho thành phần (A) là ít nhất một nhựa epoxy được chọn từ nhóm gồm tris(hydroxyphenyl)metan triglycidyl ete, tetraglycidyl diaminodiphenylmetan, và triglycidyl p-aminophenol; thành phần (B) là ít nhất một nhựa epoxy được chọn từ nhóm gồm sản phẩm phản ứng giữa bisphenol A diglycidyl ete và 4,4'-diaminodiphenylsulfon, và bisphenol S diglycidyl ete; và thành

phần (C) là ít nhất một được chọn từ nhóm gồm 2-phenyl-4,5-dihydroxymetylimidazol và 2-phenyl-4-metyl-5-hydroxymetylimidazol.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế được mô tả cụ thể bằng các ví dụ; ngoài ra, sáng chế không được dự định là chỉ giới hạn ở các ví dụ này.

Các thành phần khác nhau

Thành phần (A)

Các hợp chất mô tả bên dưới được sử dụng làm thành phần (A).

- A-1: Tris(hydroxyphenyl)metan triglycidyl ete (do Huntsman Advanced Materials LLC sản xuất, tên thương mại: TACTIX (nhãn hiệu đã được đăng ký) 742).
- A-2: Tetraglycidyl diaminodiphenylmetan (do Mitsubishi Chemical Corporation sản xuất, tên thương mại: jER (nhãn hiệu đã được đăng ký) 604).
- A-3: Triglycidyl p-aminophenol (do Huntsman Advanced Materials LLC sản xuất, tên thương mại: ARALDITE (nhãn hiệu đã được đăng ký) MY0510)

Thành phần (B)

- B-1: Sản phẩm phản ứng được thu bằng cách trộn bisphenol A diglycidyl ete với 4,4'-diaminodiphenylsulfon (do SEIKA CORPORATION. sản xuất, tên thương mại: SEIKACURE S) tại tỷ lệ khối lượng là 100/9 ở nhiệt độ trong phòng, và sau đó trộn và làm nóng hỗn hợp ở nhiệt độ 150°C (epoxy tương đương 266 g/eq).
- B-2: Bisphenol S diglycidyl ete (do DIC CORPORATION sản xuất, tên thương mại: EXA-1514)

Thành phần (C)

Các hợp chất mô tả bên dưới được sử dụng làm thành phần (C).

- C-1: 2-phenyl-4,5-dihydroxymetylimidazol (do SHIKOKU CHEMICALS

CORPORATION sản xuất, tên thương mại: 2PHZ-PW).

- C-2: 2-phenyl-4-methyl-5-hydroxymetylimidazol (do SHIKOKU CHEMICALS CORPORATION sản xuất, tên thương mại: 2P4MHZ-PW).

- C-3: 2,4-diamino-6-[2'-metylimidazol-(1')]-etyl-s-triazin (do SHIKOKU CHEMICALS CORPORATION sản xuất, tên thương mại: 2MZA-PW).

- C-4: Sản phẩm cộng axit 2,4-diamino-6-[2'-metylimidazol-(1')]-etyl-s-triazin isoxyanuric (do SHIKOKU CHEMICALS CORPORATION sản xuất, tên thương mại: 2MA-OK-PW).

- C-5: Imidazol vi nang (do Asahi Kasei E-materials Corporation sản xuất, tên thương mại: HX3742).

Thành phần (D)

Hợp chất mô tả dưới đây được sử dụng làm thành phần (D).

- D-1: Nhựa epoxy loại bisphenol A (do Mitsubishi Chemical Corporation sản xuất, tên thương mại: jER (nhãn hiệu đã được đăng ký) 828).

Thành phần (E)

Hợp chất mô tả dưới đây được sử dụng làm thành phần (E).

- E-1: Dixyandiamit (do Mitsubishi Chemical Corporation sản xuất, tên thương mại: DICY15).

Thành phần (F)

Các hợp chất mô tả bên dưới được sử dụng làm thành phần (F).

- F-1: Polyete sulfon (do BASF SE sản xuất, tên thương mại: ULTRASON E2020P-SR).

- F-2: Muối than (do Dainichiseika Color & Chemical Manufacturing Co., Ltd. sản xuất, tên thương mại: ET795).

· F-3: Hợp chất este của axit epoxy-phenol-boric (do SHIKOKU CHEMICALS CORPORATION sản xuất, tên thương mại: L-07N).

Đo lường và đánh giá

Tạo ra tấm nhựa

Chế phẩm nhựa epoxy được phun giữa hai tấm của các tấm thủy tinh được xử lý bằng cách tách ra này, mỗi tấm này có độ dày là 4 mm, bằng miếng đệm được tạo ra từ polytetrafluetylen (PTFE) và có độ dày là 2 mm được đặt giữa các tấm thủy tinh. Chế phẩm nhựa epoxy được làm nóng trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C, và sau đó thu được tấm nhựa đã đóng rắn. Các tấm này được sử dụng làm tấm nhựa để đánh giá mức độ đóng rắn, các đặc tính uốn cong, và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh.

Đo mức độ đóng rắn

1 đến 10 mg các miếng nhựa được thu gom từ tấm nhựa đã đóng rắn, các miếng nhựa được làm nóng lên đến 300°C tại tốc độ gia nhiệt là 10°C/phút sử dụng nhiệt lượng kế quét vi sai (do TA Instruments sản xuất, Q100), và giá trị gia nhiệt còn lại được đo. Mức độ đóng rắn được xác định bằng công thức (I) sau từ giá trị gia nhiệt đã đo.

Mức độ đóng rắn [%] = (Tổng giá trị gia nhiệt [J/g] của nhựa trước khi đóng rắn - giá trị gia nhiệt còn lại [J/g])/tổng giá trị gia nhiệt [J/g] của nhựa trước khi đóng rắn $\times 100$ (I)

Đo giá trị gia nhiệt đóng rắn

10 g chế phẩm nhựa epoxy được cân trong cốc được làm từ nhôm và có đường kính là 50 mm, chế phẩm nhựa epoxy được làm nóng trong lò nung khí (do Kusumoto Chemicals, Ltd. sản xuất, "ETAC HT-310S") trong các điều kiện sau đây, và DSC tăng nhiệt độ được đo. Do đó, tổng giá trị gia nhiệt được xác định.

· Các điều kiện để tăng nhiệt độ: Nhiệt độ được tăng lên từ nhiệt độ trong phòng

đến nhiệt độ đóng rắn (100°C) tại tốc độ là $2^{\circ}\text{C}/\text{phút}$

- Điều kiện đóng rắn: được duy trì trong 2 giờ ở nhiệt độ 100°C
- Điều kiện để làm giảm nhiệt độ: Làm mát tự nhiên từ nhiệt độ đóng rắn xuống 50°C hoặc thấp hơn
- Máy phân tích DSC: Q-1000 (do TA Instruments sản xuất)
- Tốc độ tăng nhiệt độ: $10^{\circ}\text{C}/\text{phút}$

Phép đo một nửa giá trị chiều rộng của vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng

Giá trị gia nhiệt được đo bằng cách sử dụng nhiệt lượng kế quét vi sai (do TA Instruments sản xuất, Q100), và chiều rộng theo hướng trục X ($^{\circ}\text{C}$) của đỉnh vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng tại vị trí tương ứng với một nửa chiều cao của đỉnh được đo là một nửa giá trị chiều rộng của vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng.

Đánh giá các đặc tính uốn cong

Vật mẫu có kích cỡ là chiều dài: 60 mm, chiều rộng: 8 mm, và độ dày: 2 mm được cắt ra từ tấm nhựa đã đóng rắn. Các đặc tính uốn cong (độ bền uốn, môđun uốn, và độ giãn do uốn) được đo bằng cách sử dụng máy thử thông dụng (do Instron Corp. sản xuất) được trang bị bằng đồ gá uốn cong 3 điểm (vết lõm và trụ đỡ cùng nhau là 3,2 mmR, khoảng cách giữa các trụ đỡ: 16 lần độ dày vật mẫu, tốc độ con trượt: 2 mm/phút).

Đo nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh

Vật mẫu có kích cỡ là chiều dài: 55 mm, chiều rộng: 12,7 mm, độ dày: 2 mm được cắt ra từ tấm nhựa đã đóng rắn. Môđun bảo quản E' được đo trong chế độ uốn cong theo ASTM D 7028 sử dụng máy phân tích nhớt đàn hồi động lực (do TA Instruments sản xuất, "DMA-Q800") trong các điều kiện của tần suất: 1 Hz và tốc độ gia nhiệt: $5^{\circ}\text{C}/\text{phút}$. Giá trị của $\log E'$ được vẽ biểu đồ dựa trên nhiệt độ, và nhiệt độ tại điểm giao nhau giữa đường tiếp tuyến đến vùng phẳng trước khi chuyển tiếp $\log E'$ và

đường tiếp tuyến tại điểm uốn của vùng chuyển tiếp của $\log E'$ được chỉ định là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh.

Đánh giá thời gian sống

Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của chế phẩm nhựa epoxy được đo bằng cách sử dụng nhiệt lượng kế quét vi sai (do TA Instruments sản xuất, “Q100”). Điểm này được chỉ định là nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh ban đầu.

Tiếp theo, chế phẩm nhựa epoxy được bảo quản trong môi trường ở nhiệt độ 21°C và độ ẩm tương đối là 50%, và 1 đến 10 mg mẫu được thu gom từ đó, và nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của chế phẩm nhựa epoxy được đo tại tần suất một lần một tuần bằng cách sử dụng nhiệt lượng kế quét vi sai (do TA Instruments sản xuất, “Q100”). Tuần mà nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh vượt quá nhiệt độ (chuyển hóa thủy tinh ban đầu + 10°C) được coi là sự kết thúc của thời gian sống.

Ví dụ 1

Thành phần (A) và F-1 được đo tại chế phẩm của bảng 1 trong bình thủy tinh và được làm nóng chảy và được trộn ở nhiệt độ 140°C. Do đó, hỗn hợp nước cái được điều chế.

Do đó, hỗn hợp nước cái thu được và thành phần (B) được khuấy và trộn tại chế phẩm của bảng 1 ở nhiệt độ 100°C. Hỗn hợp này được làm mát từ từ xuống nhiệt độ 60°C, và thành phần (C), thành phần (D), thành phần (E), và thành phần (F) còn lại được bổ sung vào hỗn hợp theo lượng được chỉ định trong bảng 1. Hỗn hợp được khuấy và được trộn cho tới khi hỗn hợp trở nên đồng nhất, và sau đó hỗn hợp được loại khí trong chân không. Do đó, chế phẩm nhựa epoxy được thu.

Do đó, các phép đo và đánh giá khác nhau được thực hiện bằng cách sử dụng chế phẩm nhựa epoxy thu được. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ 2 đến 10

Chế phẩm nhựa epoxy được tạo ra theo phương pháp giống như ví dụ 1, ngoại trừ lượng tương ứng của các thành phần được thay đổi thành lượng được chỉ định trong bảng 1, và các phép đo và đánh giá được thực hiện tương ứng. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ so sánh 1 đến 3

Chế phẩm nhựa epoxy được tạo ra theo phương pháp giống như ví dụ 1, ngoại trừ lượng tương ứng của các thành phần được thay đổi thành lượng được chỉ định trong bảng 2, và các phép đo và đánh giá được thực hiện tương ứng. Các kết quả được thể hiện trong bảng 2.

Bảng 1

Chế phẩm [phần khối lượng]	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
Thành phần (A)	A-1	10	23	25	25	10	25	35	0	10
	A-2	25	9	10	10	25	10	35	15	25
	A-3	0	0	0	0	0	0	0	15	0
Thành phần (B)	B-1	65	60	65	65	65	30	70	0	80
	B-2	0	0	0	0	0	0	0	65	0
Thành phần (C)	C-1	5	5	5	0	2,5	5	5	5	5
	C-2	0	0	0	5	0	0	0	0	0
	C-3	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	C-4	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	C-5	0	0	0	0	0	4	0	0	0
Thành phần (D)	D-1	0	8	0	0	0	0	0	0	0
Thành phần (E)	E-1	5,6	5,4	5,6	5,6	5,6	5,6	5,6	5,6	5,6
	F-1	5	0	0	5	0	5	8	5	5
Thành phần (F)	F-2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
	F-3	0	0	0	4	0	0	0	0	0

Mức độ đóng rắn [%]	95,3	95,2	96,0	95,8	96,0	94,6	94,9	94,2	94,1	96,7
Giá trị gia nhiệt đóng rắn [J/g]	423	430	461	417	436,9	464,5	432,2	448,2	408,2	456,5
Một nửa giá trị chiều rộng của vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng [°C]	9	7	5	7	9	8	17	6	7	8
Độ bền uốn [MPa]	166	137	129	141	172	153	154	124	152	129
Môđun uốn [GPa]	3,56	3,30	3,33	3,13	3,45	3,37	3,47	3,67	3,31	3,24
Độ giãn do uốn [%]	7,44	5,27	4,99	7,64	7,45	8,54	6,08	4,23	6,21	4,63
Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh [°C]	193	197	192	182	182	180	190	202	220	178
Thời gian sống tại 21°C [tuần]	>4	>4	>4	>4	>4	>4	>4	>4	>4	>4

Bảng 2

Chế phẩm [phần khối lượng]		Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
Thành phần (A)	A-1	0	23	9
	A-2	15	9	23
	A-3	10	0	0
Thành phần (B)	B-1	65	60	60
	B-2	0	0	0
Thành phần (C)	C-1	0	0	0
	C-2	0	0	0
	C-3	5	5	0
	C-4	0	0	5
	C-5	0	0	0
Thành phần (D)	D-1	10	8	8
Thành phần (E)	E-1	4,6	5,4	5,4
Thành phần (F)	F-1	6	0	0
	F-2	0,1	0,1	0,1
	F-3	0	0	0
Mức độ đóng rắn [%]		96,9	96,6	97,0
Giá trị gia nhiệt đóng rắn [J/g]		423	464	440
Một nửa giá trị chiều rộng của vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng [°C]		25	22	15
Độ bền uốn [MPa]		131	152	170
Môđun uốn [GPa]		3,32	3,66	3,56
Độ giãn do uốn [%]		4,77	6,62	7,61
Nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh [°C]		187	184	176

Thời gian sống tại 21°C [tuần]	1	0	>4
--------------------------------	---	---	----

Hiển nhiên từ các kết quả của bảng 1, chế phẩm nhựa epoxy tương ứng thu được trong các ví dụ có thời gian sống dài mặc dù có khả năng đóng rắn tốc độ cao ở nhiệt độ thấp, và sản phẩm đã đóng rắn có độ bền nhiệt và các đặc tính cơ học tốt.

Trong khi đó, hiển nhiên từ các kết quả của bảng 2, chế phẩm nhựa epoxy của các ví dụ so sánh 1 và 2, trong đó 2,4-diamino-6-[2'-metylimidazol-(1')]-etyl-s-triazin chỉ được sử dụng làm thành phần (C), có thời gian sống tại nhiệt độ 21°C ít hơn một tuần. Ngoài ra, một nửa giá trị chiều rộng của vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng bằng 22°C hoặc cao hơn.

Chế phẩm nhựa epoxy của ví dụ so sánh 3, trong đó 2,4-diamino-6-[2'-metylimidazol-(1')]-etyl-s-triazin isoxyanuric axit sản phẩm cộng chỉ được sử dụng làm thành phần (C), có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh bằng 176°C, trong khoảng thấp.

Khả năng ứng dụng công nghiệp

Vật liệu composit được gia cường bằng sợi có thể thu được bằng cách sử dụng chế phẩm nhựa epoxy theo sáng chế được sử dụng phù hợp cho bộ phận máy bay, bộ phận xe ô tô, bộ phận xe đạp, bộ phận hàng hóa về thể thao, bộ phận xe cộ đường sắt, bộ phận tàu, kết cấu xây dựng, ống đứng dẫn dầu, và tương tự. Cụ thể là, vật liệu composit được gia cường bằng sợi được sử dụng phù hợp cho bộ phận máy bay, bộ phận xe ô tô, và bộ phận xe đạp, trong đó cần độ bền nhiệt và đặc tính bền cao.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm nhựa epoxy, chứa:

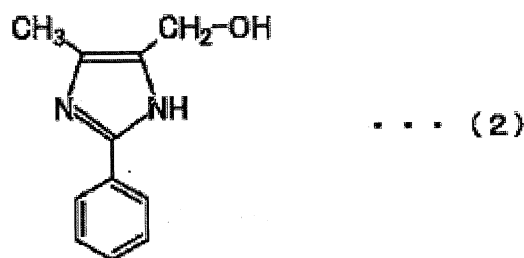
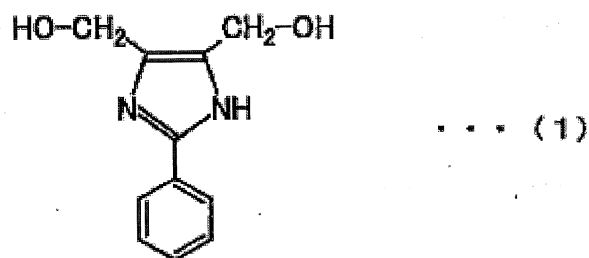
(A) ít nhất một nhựa epoxy có ít nhất ba nhóm glycidyl;

(B) ít nhất một nhựa epoxy có ít nhất một nguyên tử lưu huỳnh;

(C) ít nhất một trong số 2-phenyl-4,5-dihydroxymetylimidazol được thể hiện bằng công thức (1) sau và 2-phenyl-4-metyl-5-hydroxymetylimidazol được thể hiện bằng công thức (2);

(D) ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm bisphenol A diglycidyl ete, bisphenol F diglycidyl ete và nhựa epoxy đơn chức, với lượng dương tối đa 15% khối lượng tính theo tổng khối lượng của toàn bộ nhựa epoxy được bao gồm trong chế phẩm nhựa epoxy này; và

(E) dixyandiamit:



trong đó (A) không bao gồm nhựa epoxy có ít nhất một nguyên tử lưu huỳnh.

2. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó (B) chứa sản phẩm phản ứng giữa nhựa epoxy và hợp chất amin có ít nhất một nguyên tử lưu huỳnh.
3. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó hàm lượng của (A) nằm trong khoảng từ 25% đến 85% khối lượng, và hàm lượng của (B) nằm trong khoảng từ 10% đến 70% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của toàn bộ nhựa epoxy được bao gồm trong chế phẩm nhựa epoxy này.
4. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, chứa 2-phenyl-4,5-dihydroxymetylimidazol làm (C).
5. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó thời gian sống của chế phẩm nhựa epoxy khi bảo quản tại nhiệt độ 21°C là bốn tuần hoặc lâu hơn.
6. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó một nửa giá trị chiều rộng của vùng giá trị tỏa nhiệt của phản ứng dựa trên phép đo nhiệt lượng quét vi sai của chế phẩm nhựa epoxy bằng 18°C hoặc thấp hơn.
7. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó mức độ đóng rắn dựa trên phép đo nhiệt lượng quét vi sai của sản phẩm đã đóng rắn có thể thu được bằng cách gia nhiệt chế phẩm nhựa epoxy trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C là 94% hoặc cao hơn.
8. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó (A) bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm nhựa epoxy tetraglycidylamin, nhựa epoxy triglycidylaminophenol, nhựa epoxy triglycidyl ete, nhựa epoxy phenol novolac, nhựa epoxy cresol-novolac, và nhựa epoxy novolac đa chức.
9. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó (A) bao gồm tris(hydroxyphenyl)metan triglycidyl ete.
10. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó (A) bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm tris(hydroxyphenyl)metan triglycidyl ete, tetraglycidyl diaminodiphenyl metan, và triglycidyl p-aminophenol.

11. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó (A) bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm tris(hydroxyphenyl)metan triglycidyl ete và tetraglycidyl diaminodiphenyl metan.
12. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó (A) bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm tetraglycidyl diaminodiphenyl metan và triglycidyl p-aminophenol.
13. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, cũng bao gồm muối than.
14. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1, trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của sản phẩm đã đóng rắn có thể thu được bằng cách gia nhiệt chế phẩm nhựa epoxy trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C bằng 180°C hoặc cao hơn, trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh được xác định bằng phép đo độ nhớt đàn hồi động lực.
15. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 14, trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh bằng 185°C hoặc cao hơn.
16. Chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 14, trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh bằng 190°C hoặc cao hơn.
17. Sản phẩm đã đóng rắn có thể thu được bằng cách gia nhiệt chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1 trong 30 phút ở nhiệt độ 150°C và có nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh bằng 180°C hoặc cao hơn, trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh được xác định bằng phép đo độ nhớt đàn hồi động lực.
18. Chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi, bao gồm chế phẩm nhựa epoxy theo điểm 1 và sợi gia cường.
19. Vật liệu composit được gia cường bằng sợi, có thể thu được bằng cách đóng rắn chất tẩm sẵn dùng cho vật liệu composit được gia cường bằng sợi theo điểm 18.