



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

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

(11)



1-0042146

(51)^{2006.01} C08G 69/26; C08G 69/46

(13) B

(21) 1-2023-03718

(22) 29/11/2016

(62) 1-2018-02349

(86) PCT/US2016/063916 29/11/2016

(87) WO 2017/095772 08/06/2017

(30) 62/261,392 01/12/2015 US

(45) 25/12/2024 441

(43) 25/09/2023 426

(73) ASCEND PERFORMANCE MATERIALS OPERATIONS LLC (US)

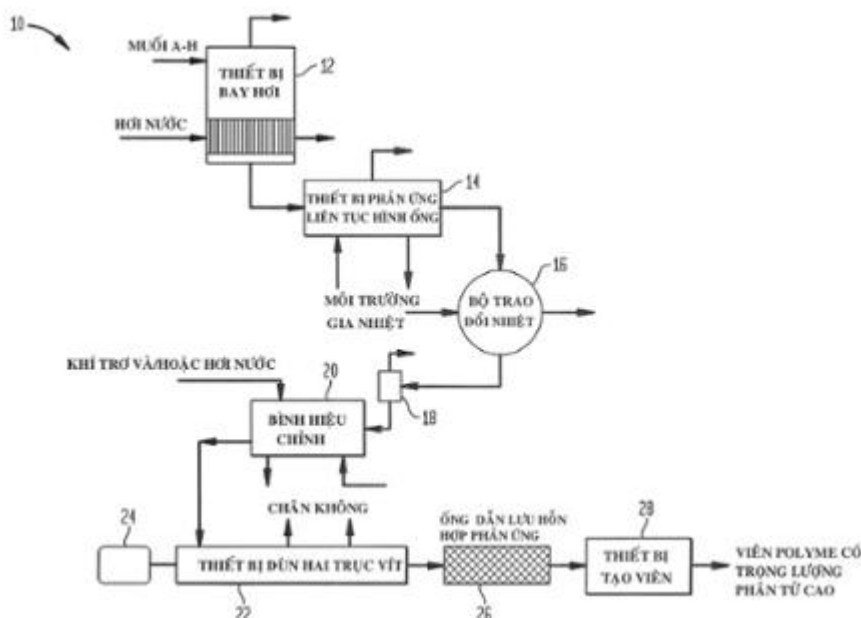
1010 Travis Street, Suite 900, Houston, TX 77002, United States

(72) POLK, James, E (US); SCHWIER, Chris, E. (US); SEN, Ashish (US); TRASK, Craig, A. (US); UZUNPINAR, Cihan (US); WANG, Chie-Hsiung (US); ZABCIK, J., Marty (US).

(74) Công ty TNHH Sáng chế ACTIP (ACTIP PATENT LIMITED)

(54) POLYME POLYAMIT NYLON 6,6 CÓ TRỌNG LƯỢNG PHÂN TỬ CAO VÀ CÁC PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT POLYME NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến polyme polyamit, cụ thể là nylon 6,6, nylon 6, và các copolyamit, có trọng lượng phân tử cao, màu sắc đẹp, và hàm lượng gel thấp. Cụ thể là, polyme polyamit theo sáng chế có độ nhớt tương đối lớn hơn 50 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%; độ nhớt đồng đều với độ lệch chuẩn thấp hơn 1; hàm lượng gel không lớn hơn 50 ppm khi được đo bằng các hạt không tan kích thước lớn hơn 10 μm ; mức khuyết tật quang học thấp hơn 2000 phần triệu (ppm) khi được đo bởi hệ thống kiểm soát quang học (OCS). Sợi đa tơ được làm từ polyme này. Sáng chế còn đề cập đến quy trình sản xuất polyme sử dụng kỹ thuật hoàn thiện trong điều kiện chân không nối tiếp không có hơi nước hoặc các loại khí khác trong bước thứ hai, hoặc sau trùng ngưng của quy trình polyme.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các polyamit có trọng lượng phân tử cao có thể tùy chỉnh, bao gồm Nylon 6,6, Nylon 6, và các copolyamit, và các chất khác có hàm lượng gel thấp và độ nhớt tương đối thấp đồng nhất. Polyme thu được thích hợp cho các ứng dụng khác nhau trong tạo sợi, và tạo màng, cụ thể là xe sợi. Sáng chế đề cập đến sợi đa tơ làm từ polyme này và các phương pháp sản xuất polyme này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thông thường, việc sản xuất polyamit liên tục, cụ thể là các quy trình trùng hợp Nylon 6 (cũng được gọi là N6 (poly caproamit) và Nylon 6,6, N66 hoặc hexametylen adapamit) liên quan đến thiết bị phản ứng ống chum chuyên dụng và có thể mở rộng để đạt được độ nhớt tương đối mong muốn cuối cùng. Điều này là do sự cần thiết phải đun sôi một lượng lớn dung dịch nước cùng với thời gian lưu trữ kéo dài như yêu cầu đối với động học trùng hợp với các hệ xúc tác hiện đang có và/hoặc không xúc tác.

Một số lượng lớn tài liệu mô tả các polyamit và các copolyamit, các loại sợi và màng được tạo ra từ các vật liệu và các quy trình sản xuất các polyme và vật phẩm. Dưới đây là các mô tả sơ lược về các giải pháp kỹ thuật liên quan đã có.

Patent Hoa Kỳ số US 6,235,390, cấp cho Glenn Alan Schwinn và đồng sự, đã bộc lộ tơ polyamit với độ nhớt trong axit formic ít nhất là 140 và độ bền kéo nằm trong khoảng từ 4,5 đến 7 g/d (3,9735 đến 6,181 cN/dtex) để sử dụng trong nỉ dùng cho máy sản xuất giấy và các ứng dụng xơ cắt ngắn khác. Mặc dù patent này bộc lộ độ nhớt tương đối đã được cải thiện, nhưng phạm vi độ dai của sợi tơ đơn thu được chỉ ra rằng sợi tơ polyamit có độ bền thấp hơn.

Patent Hoa Kỳ số US 8,211,340, cấp cho Swu-Chen Shen và đồng sự, đã bộc lộ quy trình sản xuất tơ polyamit có mặt cắt ngang tương tự hình vuông dùng làm vải làm túi khí trên sử dụng kỹ thuật đun nóng chảy. Tơ polyamit thu được có độ dai nằm trong khoảng từ 7,5 đến 9,5 g/d (6,625 đến 8,3885 cN/dtex) và độ giãn dài đến khi đứt là từ 18 đến 30%, theo báo cáo.

Patent Hoa Kỳ số US 7,381,788, cấp cho Tsujii Yasuhito và đồng sự, đã bộc lộ

phương pháp sản xuất liên tục polyme polyamit có độ nhớt tương đối lệch chuẩn thấp. Điều này cũng được thể hiện chi tiết trong Bảng 1 của sáng chế này.

Mỗi patent trong số các patent Hoa Kỳ số US 5,298,598, US 5,298,597, US 5,298,594, US 5,290,747, US 5,264,541, US 5,264,406, US 5,260,246, cấp cho Yuo, đã bộc lộ quy trình đun phản ứng bao gồm các polyamit và hợp chất hypophosphit kim loại kiềm.

Patent Hoa Kỳ số US 6,900,267, cấp cho Royer, đã bộc lộ quy trình đun phản ứng kết hợp ít nhất một polyme, oligome, hoặc hỗn hợp của chúng, và chất dịch chứa cacbon đioxit trong máy đun.

Patent Hoa Kỳ số US 5,651,927, cấp cho Auda, đã bộc lộ máy đun thực hiện một loạt các phản ứng hóa học liên tiếp trong nhiều khu vực phản ứng.

Patent Hoa Kỳ số US 5,169,582, cấp cho Illing, đã bộc lộ phương pháp sản xuất caprolactam bằng cách cấp nguyên liệu vào máy đun đã điều chế ở nhiệt độ cao và áp suất chân không để đạt được mức độ trùng hợp hóa mong muốn.

Patent Hoa Kỳ số US 5,102,594, cấp cho Burlet, đã bộc lộ quy trình sản xuất polyme nhiệt dẻo sử dụng các máy đun có thông hơi.

Patent Hoa Kỳ số US 4,902,455, cấp cho Wobbe, đã bộc lộ phương pháp khử khí cho sản phẩm nhiệt dẻo nóng chảy trên phạm vi độ nhớt rộng sử dụng máy đun khử khí bao gồm nhiều phần khử khí liên tiếp.

Patent Hoa Kỳ số US 3,657,195, cấp cho Doerfel, đã bộc lộ quy trình sản xuất nylon 6,6 có trọng lượng phân tử thấp trong máy đun trục vít tự làm sạch. Máy đun bao gồm ít nhất một đĩa phân phối khử khí ở nhiệt độ cao và áp suất tăng cao.

Patent Hoa Kỳ số US 4,760,129, cấp cho Haering, đã bộc lộ quy trình điều chế polyhexametylen adipamit (nylon 6,6) độ nhớt cao sử dụng máy đun và phun hơi hoặc khí có thời gian lưu là từ 1 đến 4 phút.

Patent Hoa Kỳ số US 5,079,307, cấp cho Taylor và đồng sự, đã bộc lộ việc sản xuất polyamit có trọng lượng phân tử cao từ các tiền polyme kết thúc bằng nhóm carboxy sử dụng máy đun kép và xúc tác làm tác nhân hỗ trợ sự trùng hợp hóa.

Patent Hoa Kỳ số US 5,543,495, cấp cho Anolick và đồng sự, đã bộc lộ quy trình làm tăng trọng lượng phân tử của các polyamit và các polyme ngưng tụ khác, sử dụng

máy đùn kép dưới điều kiện cấp khí, với xúc tác, thiết bị phản ứng và thời gian lưu từ vài giây đến hàng phút.

Patent Hoa Kỳ số US 5,683,808, cấp cho Earl Blaine Adams và đồng sự, đã bộc lộ sợi tơ đơn polyamit có độ nhớt tương đối trong axit formic ít nhất là 60, độ dai lớn hơn 10 g/d (8,83 cN/dtex), độ lệch chuẩn độ dai theo chiều dài là thấp hơn 0,1 g/d (0,0883 cN/dtex), và co ngắn trong không khí nóng ở nhiệt độ 177°C nhỏ hơn 15%. Sợi tơ đơn polyamit được đùn bằng cách phun dòng có áp suất thấp hoặc đã được nung nóng, có thể chứa tạp chất trong sợi tơ polyamit và còn có độ bền kéo tổng thể thấp hơn.

Patent Hoa Kỳ số US 5,707,733, cấp cho Max Kurt và đồng sự, đã bộc lộ sợi tơ đơn nylon 6,6 với độ môđun, độ bền, LASE và độ hồi phục ướt được cải thiện so với sợi tơ đơn polyamit (PA 66) thông thường. Patent cũng bộc lộ sợi tơ đơn nylon 6,6 có độ dãn dài tới khi đứt thấp hơn 25%.

Do đó, hiện vẫn có nhu cầu về polyme tùy biến có các tính chất mong muốn (đó là, trọng lượng phân tử cao, độ đồng đều về trọng lượng phân tử cao, hàm lượng gel thấp) cho các mục đích sử dụng cuối cùng cụ thể, cũng như quy trình sản xuất polyamit với hiệu suất cao hơn so với các giải pháp kỹ thuật đã biết.

Mục đích của sáng chế là có thể tạo ra các polyme hoặc các copolyme nylon 6 hoặc nylon 6,6 tùy biến có độ nhớt tương đối đồng đều và hàm lượng gel thấp. Mục đích cụ thể là đơn giản hóa quy trình trùng hợp N6 và N66 liên tục bằng cách giảm thời gian lưu polyme và do đó có sự thoái biến polyme. Polyme thu được hữu dụng trong sản xuất polyme N6 hoặc N66 trong công nghiệp đúc phun, tạo màng mỏng và tạo sợi.

Sáng chế hướng tới nhu cầu về quy trình sản xuất polyamit liên tục có thời gian lưu thấp, cụ thể là sản xuất polyme nylon và các sản phẩm cụ thể nguyên chất và kết hợp nhờ sử dụng máy đùn và kỹ thuật chân không để đồng thời làm tăng trọng lượng phân tử (MW) và kết hợp các phụ gia từ dòng polyme nguyên liệu nóng chảy trực tiếp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề xuất các polyamit có trọng lượng phân tử cao, với độ nhớt đồng đều và về cơ bản không có gel, trong đó độ nhớt tương đối (relative viscosity: RV) dao động từ khoảng 50 đến 200. Mục đích của sáng chế là sản xuất polyme polyamit đồng đều tùy biến có hàm lượng gel tối thiểu hoặc thậm chí về cơ bản không có gel. Polyme trọng

lượng phân tử cao, chủ yếu là polyme nylon 6 và nylon 6,6 và các copolyme ngẫu nhiên của chúng, về cơ bản không có gel, thích hợp là có độ nhớt tương đối tốt nhất là lớn hơn 50 RV, độ nhớt đồng đều với độ lệch chuẩn thấp hơn 1,0, hàm lượng gel khi được đo đối với các hạt không tan có kích thước lớn hơn 10 μm là nhỏ hơn 50 phần triệu (parts per million: ppm), và lượng khiếm khuyết quang học được đo bằng công nghệ quét của công ty Optical Control Systems (OCS) là thấp hơn 2000 phần triệu (ppm). Polyme thu được có thể được ổn định hóa bằng nhiệt và được tạo hình thành sợi (sợi tơ đơn hoặc sợi đa tơ).

Các polyamit theo sáng chế có các đặc tính vượt trội ngoài mong đợi về mặt đồng đều về độ nhớt tương đối, hàm lượng gel, ngoại quan quang học và hiệu suất xe sợi khi so sánh với các sản phẩm đã có. Hơn nữa, polyme theo sáng chế khi được xe thành sợi có sự tăng áp suất ép thấp ngoài mong đợi, dẫn đến thời gian ép tăng lên, ví dụ lớn hơn 10 ngày và tốt hơn là lớn hơn 15 ngày. Các ứng dụng cho loại polyme này bao gồm chuyển đổi thành sợi tơ đơn, hoặc sợi đa tơ (sợi) có các đặc tính sau đây: độ bền kéo lớn hơn 9,0 g/d (7,945 cN/dtex); độ giãn dài lớn hơn 18%, và tỷ lệ đứt tơ thấp hơn 2 trên mỗi cuộn sợi nặng 20 pao (9,072 kg).

Khía cạnh khác của sáng chế đề xuất quy trình trùng hợp nóng chảy các polyamit với polyme trọng lượng phân tử cao là N66 với sự có mặt của chất xúc tác polyamit hóa gốc phospho hoạt động trong máy đùn trong điều kiện chân không có thông hơi nung nóng, mà không có sự bổ sung hơi hoặc khí.

Trong khi sáng chế được mô tả liên quan đến các polyamit, và cụ thể là Nylon 6,6, Nylon 6, và các loại copolyamit của chúng, sáng chế cũng có thể được áp dụng cho tất cả các loại polyamit trong phạm vi từ nhóm polyamit béo (thông thường là nylon N6 và N66 hoặc các loại nylon béo khác) đến các polyamit có các thành phần thơm (ví dụ, Paraphenylenđiamin và axit terephthalic), đến các copolyme chẳng hạn như adipat với 2-metyl pentmetylen điamin và 3,5-diacacboxybenzensulfonic axit (hoặc axit sulfoisophtalic ở dạng muối natri sulfonat của nó).

Hiện không thấy giải pháp kỹ thuật đã có nào đề cập đến quy trình sản xuất polyme có độ nhớt tương đối có thể điều chỉnh với mức độ đồng nhất trong độ nhớt tương đối cao và hàm lượng gel thấp như được mô tả ở đây.

Thông thường, các thể gel không nhìn thấy bằng mắt thường trong polyme khi

không sử dụng kính hiển vi quang học. Cũng cần có phương pháp nâng cao sự tương phản giữa polyme và gel, với việc sử dụng, ví dụ, ánh sáng tử ngoại phổ rộng hoặc tử ngoại gần để kích thích phát quang. Patent Hoa Kỳ số US 4,760,129 (1988, cấp cho Werner & Pfleiderer) đã bộc lộ việc sản xuất polyme nylon 6,6 có trọng lượng phân tử cao (khối lượng phân tử mol $M_n = 34000$, khối lượng phân tử thực gam $M_w = 2,1$) và độ nhớt cao (độ nhớt tương đối bằng hoặc lớn hơn 4) sử dụng hơi quá nhiệt bổ sung sau khi phản ứng đa trùng ngưng. Khi xem xét dữ liệu báo cáo về việc có hay không có gel trong polyme thu được, không có chi tiết về việc đo hàm lượng gel hoặc tạp chất được đưa ra ngoài việc quan sát trực quan giả định. Người ta biết rằng để có thể nhìn thấy gel bằng mắt thường, hàm lượng gel có trong polyme cần phải ở mức cực cao. Kích thước tối thiểu mà con người có thể phân biệt được là từ 30 μm hoặc lớn hơn. Do đó, trong khi có thể đạt được trọng lượng phân tử cao bằng quy trình theo patent Hoa Kỳ số US 4,760,129 nêu trên, thì polyme có hàm lượng gel thấp như được xác định ở đây cũng không được đề cập đến trong patent đó.

Một ưu điểm của sáng chế là thời gian lưu có thể thấp (tính bằng giây so với việc tính bằng phút và hàng giờ theo giải pháp đã có) khi không có khí hoặc hơi bổ sung trong giai đoạn sau ngưng tụ, trong đó quá trình trùng hợp hoàn toàn của N66 đạt được bắt đầu từ một vật liệu tiền polyme hoặc vật liệu thích hợp. Khả năng đơn giản hóa quy trình một cách đáng kể và khả năng hoàn thành nhanh chóng sự polyamit hóa một phần và/hoặc hoàn toàn của N66 thông qua phản ứng đùn tạo cơ hội để đơn giản hóa quy trình khác chẳng hạn như khả năng polyme hóa các hợp chất và phối trộn các polyme liên tục nối tiếp, tức là, trong cùng một bước xử lý.

Việc loại bỏ các thành phần dễ bay hơi ra khỏi quy trình nhờ hút chân không làm tăng chất lượng polyme và làm giảm xu hướng gel hóa và khí hóa trong các ứng dụng như sản xuất bằng phương pháp đúc, tạo màng và sản xuất sợi. Quy trình theo sáng chế cũng sẽ làm giảm xu hướng xảy ra các phản ứng phụ không mong muốn, chẳng hạn như phản ứng tạo cànlien kết ngang, vì không có các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi và thời gian lưu của quy trình được giảm đáng kể. Quy trình theo sáng chế với thời gian lưu được giảm thấp sẽ làm giảm sự hình thành gel trong polyme thu được.

Sự phân bổ thời gian lưu hẹp cùng với thời gian lưu “giảm hoặc ngắn” là hai khái niệm tách biệt nhau. Trong khi thời gian lưu ngắn được đề cập ở đây, thời gian lưu hẹp

cũng có thể được áp dụng cho sáng chế. Đường cong phân bố thời gian lưu hẹp được thu hẹp (hoặc thắt chặt) và hỗ trợ trong việc cải thiện việc tạo thành gel (hoặc thiếu sự hình thành gel). Cụ thể là, việc kéo dài thời gian lưu cao dẫn đến tạo ra gel và có thể có thời gian lưu dài ngay cả khi thời gian lưu trung bình ngắn. Máy đèn trực vít đôi được biết là có sự phân phối thời gian lưu hẹp do thực tế là nó có các bề mặt hoàn toàn được làm sạch và không bao gồm các khu vực chết bất kỳ.

Hệ thống theo sáng chế nhỏ gọn, đơn giản và không yêu cầu lưu trữ vật liệu có độ nhớt tương đối thấp được sử dụng để sản xuất vật liệu có độ nhớt tương đối cao như ở quy trình polyme hóa ở trạng thái rắn (Solid State Polymeization: SSP) thông thường. Ưu điểm khác của hệ thống này là yếu tố chân không, để loại bỏ các chất dễ bay hơi và các tạp chất khác làm giảm xu hướng tạo liên kết ngang và tạo gel, do đó làm tăng chất lượng polyme.

Ngoài ra, sáng chế sẽ cho kết quả cải thiện hiệu suất trong các hoạt động như xe sợi, đúc và tạo màng ở chỗ các chất dễ bay hơi có thể phản ứng khi đèn lại không có mặt trong phối liệu đèn và do đó không thể phản ứng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các hình vẽ minh họa các ứng dụng có thể có theo sáng chế và thể hiện các phương án ví dụ và không được nhằm mục đích giới hạn phần mô tả của sáng chế như được mô tả ngược lại ở đây.

Fig.1 minh họa phương án hệ polyme hóa được ưu tiên theo sáng chế với khả năng tạo điều kiện áp suất chân không;

Fig.2 minh họa quy trình hoàn thiện trạng thái rắn có trọng lượng phân tử cao thông thường với sự tồn trữ vật liệu cao;

Các hình vẽ từ Fig.3A đến Fig.3D minh họa các thể gel được kết hợp với các đầu xơ bị đứt trong sợi Nylon 6,6;

Fig.4 là biểu đồ tần số minh họa sự phân bố độ nhớt tương đối của polyme có độ nhớt tương đối nhỏ ở mức 85 được sản xuất bằng quy trình theo sáng chế; và

Fig.5 là biểu đồ tần số minh họa sự phân bố độ nhớt tương đối của polyme có độ nhớt tương đối nhỏ ở mức 85 được sản xuất theo quy trình SSP sử dụng thiết bị trên Fig.2.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế được mô tả chi tiết dưới đây dựa trên các hình vẽ chỉ nhằm mục đích minh họa. Phạm vi bảo hộ của sáng chế được xác định bởi các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo. Các thuật ngữ được sử dụng ở đây được hiểu theo ý nghĩa thông thường với định nghĩa được đưa ra dưới đây. Ví dụ, chân không là thuật ngữ được dùng để thể hiện áp suất tính theo mm Hg ở nhiệt độ 0°C.

Như được sử dụng ở phần mô tả và các điểm yêu cầu bảo hộ, các dạng số ít bao gồm cả các ý nghĩa số nhiều trừ khi có sự chỉ định trái ngược một cách rõ ràng ở từng ngữ cảnh. Ví dụ, thuật ngữ “vật phẩm” có thể bao gồm nhiều vật phẩm trừ khi có sự chỉ định trái ngược rõ ràng ở từng ngữ cảnh.

“Về cơ bản gồm có” và thuật ngữ tương tự là chỉ các thành phần được nêu ra và loại trừ các thành phần khác mà về cơ bản sẽ làm thay đổi bản chất và đặc điểm mới của chế phẩm hoặc vật phẩm. Trừ khi có chỉ định trái ngược hoặc thể hiện rõ ràng, chế phẩm hoặc vật phẩm về cơ bản gồm có các thành phần được nêu ra và liệt kê khi chế phẩm hoặc vật phẩm bao gồm 90% trọng lượng hoặc nhiều hơn là các thành phần được nêu ra và liệt kê. Tức là, thuật ngữ này loại trừ hơn 10% thành phần không xác định. Chế phẩm polyme bất kỳ theo sáng chế có thể về cơ bản gồm có các thành phần được nêu ra.

Như được sử dụng ở đây, “các polyamit”, “các copolyamit” và thuật ngữ tương tự dùng để chỉ các chế phẩm chứa các polyamit. Các polyamit và các chế phẩm polyamit đã được mô tả trong tài liệu Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, Vol. 18, pp. 328-371 (Wiley 1982) với các nội dung bộc lộ được kết hợp ở đây để tham khảo. Tóm lại, các polyamit là các sản phẩm chứa các nhóm amit tuần hoàn dưới dạng các phần thiết yếu của các chuỗi polyme chính. Các polyamit mạch thẳng là loại được quan tâm đặc biệt và có thể được tạo ra từ sự ngưng tụ các monome (đơn phân) hai chức như đã biết đến nhiều trong lĩnh vực tương ứng. Các polyamit thường được gọi là các nylon. Các polyme và copolyme cụ thể và các chế phẩm của chúng đã được thấy nhiều trong các patent sau đây: patent Hoa Kỳ số US 4,760,129, có tên “Quy trình điều chế Polyhexametylen adipamit có độ nhớt cao”, cấp cho Haering và đồng sự; patent Hoa Kỳ số US 5,504,185, có tên “Quy trình sản xuất các polyamit, các polyamit được sản xuất bởi quy trình đó và màng hoặc tấm polyamit”, cấp cho Toki và đồng sự; patent Hoa Kỳ số US 5,543,495, có tên “Quy trình làm tăng trọng lượng phân tử của các polyamit và

các polyme ngưng tụ khác”, cấp cho Anolick và đồng sự; patent Hoa Kỳ số US 5,698,658, có tên “Các polyamit có trọng lượng phân tử rất cao mạch thẳng và quy trình sản xuất chúng”, cấp cho Dujari và đồng sự; patent Hoa Kỳ số US 6,011,134, có tên “Phương pháp sản xuất poly (hexametylen adipamit) từ monometyladipat và hexametylendiamin”, cấp cho Marks và đồng sự; patent Hoa Kỳ số US 6,136,947, có tên “Quy trình và thiết bị dùng để sản xuất liên tục các polyamit theo tiêu chuẩn”, cấp cho Wiltzer và đồng sự; patent Hoa Kỳ số US 6,169,162, có tên “Quy trình trùng hợp polyamit liên tục”, cấp cho Bush và đồng sự; patent Hoa Kỳ số US 6,504,004, có tên “Quy trình kéo dài chuỗi polyamit và sản phẩm polyamit liên quan”, cấp cho Zahr; patent Hoa Kỳ số US 7,138,482, có tên “Quy trình sản xuất polyamit”, cấp cho Tanaka và đồng sự; patent Hoa Kỳ số US 7,381,788, có tên “Phương pháp sản xuất polyamit liên tục”, cấp cho Tsujii và đồng sự; và patent Hoa Kỳ số US 8,759,475, có tên “sản xuất liên tục các polyamit”, cấp cho Thierry và đồng sự.

Phần trăm, phần triệu (ppm) và tương tự là dùng để chỉ phần trăm trọng lượng hoặc các phần trọng lượng dựa trên trọng lượng của chế phẩm trừ khi có chỉ định ngược lại.

Nhiệt độ quy trình là chỉ nhiệt độ được thiết lập cho máy đun trừ khi có chỉ định ngược lại.

Những người có hiểu biết trung bình trong cùng lĩnh vực kỹ thuật sẽ đánh giá rằng các chi tiết trên các hình vẽ được minh họa nhằm mục đích đơn giản hóa và rõ ràng và không nhất thiết phải vẽ đúng tỷ lệ. Ví dụ, các kích thước của một số chi tiết trên các hình vẽ có thể được phóng to tương đối so với các chi tiết khác, để làm tăng hiệu quả đọc hiểu cho sáng chế.

Có thể có nhiều thành phần bổ sung được mô tả trong đơn mà không được chỉ ra trên một trong các hình vẽ được mô tả. Trong trường hợp thành phần như vậy được mô tả nhưng không được thể hiện trên hình vẽ, sự thiếu hình minh họa như vậy không được xem là sự bỏ sót hình vẽ trong bản mô tả.

Các polyme theo sáng chế có thể được chế tạo thành các sợi tơ đơn hoặc các sợi đa tơ. Các polyme theo sáng chế có thể được chế tạo thành màng thổi và các màng đúc. Các polyme cũng có thể được chế tạo hoặc được sản xuất dưới dạng sản phẩm đun dạng tấm không có gel sau đó tạo ra các phần sản phẩm tạo hình nhiệt và đúc phun chẳng hạn như dây siết. Các sợi tơ đơn có thể được sử dụng trong các ứng dụng in ba chiều,

mực in, v.v.. Các polyme có khả năng áp dụng cho ứng dụng bất kỳ đòi hỏi kỹ thuật tạo hình đơn trục hoặc lưỡng trục rất tốt hoặc các ứng dụng cần có các loại sợi có độ bền cao chẳng hạn như để sử dụng trong vải công nghiệp.

Polyme nylon 6,6 có trọng lượng phân tử cao

Polyme trọng lượng phân tử cao được bộc lộ ở đây bao gồm polyme polyamit có độ nhớt tương đối lớn hơn 50, độ nhớt đồng đều với độ lệch chuẩn thường là thấp hơn 1, hàm lượng gel thấp hơn 50 ppm, các khuyết tật quang học thấp hơn (hoặc không lớn hơn) 2000 phần triệu (ppm).

Cụ thể là, polyme được bộc lộ ở đây là polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao thường bao gồm: độ nhớt tương đối lớn hơn 50 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%; độ nhớt đồng đều với độ lệch chuẩn thấp hơn 1,0; hàm lượng gel thấp hơn 50 ppm khi được đo đối với các hạt không tan kích thước lớn hơn 10 μm ; và tốt nhất là, mức khuyết tật quang học là thấp hơn 2000 ppm khi được đo bằng các quét quang học các hạt nhỏ với thiết bị phân tích của công ty Optical Control System (OCS GMBH). Polyme thu được có thể hoặc không được ổn định nhiệt.

Theo phương án bất kỳ, độ nhớt tương đối của polyme nylon 6,6 có thể lớn hơn 50, 60, 70, 80, và 90. Độ nhớt tương đối được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%. Theo phương án khác, độ nhớt đồng đều với độ lệch chuẩn với polyme có thể thấp hơn 1,2; 1,1; 1,0; 0,9. Polyme có thể bao gồm hàm lượng gel và mức độ khuyết tật quang học thấp hơn 50 ppm và 2000 ppm, tương ứng. Theo một phương án, hàm lượng gel và tạp chất tốt nhất là thấp hơn 50 ppm và 100 ppm, tương ứng. Hàm lượng gel được đo bằng nồng độ các hạt không tan có kính thước lớn hơn 10 μm . Sợi thu được được tạo ra từ polyme có áp suất ép thấp dẫn đến thời gian ép kéo dài đến lâu hơn 15 ngày. Theo một phương án, sợi thu được được tạo ra từ polyme có thời gian ép lâu hơn 10, 20, 30, và thậm chí là 40 ngày.

Quy trình polyme hóa tùy chọn bao gồm sử dụng một trong số các chất xúc tác polyamit hóa chẳng hạn như axit hypo-phospho và các muối của nó. Các ví dụ cụ thể bao gồm natri hypophosphit, natri hydrophosphat (mono sodium phosphate: MSP), mangan hypophosphit, và axit benzen phosphinic (cũng được gọi là axit phenyl phosphinic hoặc PPA).

Polyme có thể chứa một hoặc nhiều chất phụ gia như sợi thủy tinh, sáp, chất

khoáng, sợi cacbon, sợi gia cường, chất ổn định nhiệt, chất màu cô đặc, chất điều biến khả năng nén, và các chất phụ gia chống cháy. Polyme cũng có thể chứa các chất phụ gia thường dùng khác đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong cùng lĩnh vực kỹ thuật. Các chất phụ gia dùng cho Nylon 6 và Nylon 6,6 (phụ thuộc vào mục đích sử dụng cuối cùng) có thể bao gồm alkylendiamin và các axit monocarboxylic hoặc các monoamin bậc một hoặc bậc hai. Các chất phụ gia và điều biến khác được lưu ý dưới đây có thể được sử dụng với phương án bất kỳ của sáng chế.

Patent Canada số CA 963594 đã bộc lộ các sợi nylon 6,6 ổn định nhiệt với khả năng nhuộm màu được cải thiện bằng cách bổ sung natri hypophosphit và diphenylamin vào dung dịch muối nylon trước khi thực hiện phản ứng polyme hóa. Patent Hoa Kỳ số US 4,113,708 bộc lộ phương pháp sử dụng axit phenylphosphinic để làm giảm sự hình thành amoniac trong quá trình làm nóng chảy polyamit. Patent Đức số DE 2158014 bộc lộ phương pháp ổn định hóa nylon 6,6 bằng cách bổ sung hypophosphit kim loại kiềm vào các amit và adipat trước khi polyme hóa. Các đơn patent Nhật Bản số JP 89-179,534 và JP 90-111015 bộc lộ phương pháp sản xuất các polyamit bằng cách polyme hóa điaxit với điamin trước trong sự có mặt của hypophosphit để tạo ra oligome, sau đó polyme hóa nóng chảy oligome trong sự có mặt của sáp polyetylen. Patent Vương quốc Anh số GB 6648485 bộc lộ chất phụ gia ổn định nhiệt và ánh sáng dùng cho polyamit bằng cách bổ sung natri hypophosphit và các phenol chứa ít nhất một gốc hydrocacbon và gốc chứa nhóm COOH hoặc dẫn xuất của nó, vào polyamit sau khi hoặc trong khi đa trùng ngưng. Trong đơn patent Nhật Bản số JP 89-212160, các chất phụ gia polyme hóa chứa mangan hypophosphit, hexametylendiamin, và các hợp chất triazin, được bổ sung vào chất phản ứng dưới dạng chất chống cháy.

Các hypophosphit cũng được sử dụng làm chất phụ gia để thay đổi tính chất của polyamit và/hoặc copolyamit sau khi hoàn thành phản ứng polyme hóa; chất chống oxy hóa ở nhiệt độ thấp được chọn từ hợp chất hydroxyl ammon đã hydrat hóa, hydrosulfua, bisulfit, phosphor, và phosphat và tác nhân khử được chọn từ hypophosphit kim loại và amoni hypophosphit. Patent Đức số DE 3636023 đã bộc lộ nhựa nhiệt dẻo dạng hạt dùng làm chất gắn dính nóng chảy bằng cách trộn các copolyamit với paraffin tinh chế và natri hypophosphit. Đơn patent Nhật Bản số JP 85-198900 đã bộc lộ chế phẩm nhựa polyamit bằng cách phối trộn các polyamit với nhựa polyolefin biến tính và các muối kim loại của H_3PO_4 , H_3PO_3 và H_3PO_2 . Đơn patent Nhật Bản số JP 81-34897 đã bộc lộ

phương pháp làm nhay bề mặt polyamit với natri hydroxit và natri hypophosphit. Đơn patent Nhật Bản số JP 78-97229 đã bộc lộ việc sử dụng natri hypophosphit làm chất ổn định nhiệt cho copolyamit. Patent Bỉ số BE 875530 đã bộc lộ polyeste, polyamit và các hỗn hợp polyeste-polyamit không cháy bằng cách trộn các polyme hoặc các copolyme với các muối phosphinat. Đơn patent Nhật Bản số JP 90-208135 đã bộc lộ polyhexametylenadipamit với kết cấu ba chiều giới hạn. Đồng axetat, kali iodua hoặc natri hypophosphit được bổ sung vào sản phẩm polyme hóa cuối cùng dưới dạng chất ổn định. Đơn patent Nhật Bản số JP 90-116874 đã bộc lộ việc phối trộn natri hypophosphit hoặc canxi hypophosphit với polyamit, để chống sự biến màu. Đơn patent Nhật Bản số JP 88-331806 đã bộc lộ việc sử dụng axit hypophospho hoặc hypophosphit làm tác nhân chống biến màu cho các chất độn polyamit. Đơn patent Nhật Bản số JP 88-273373 đã bộc lộ phương pháp đồ chứa bằng polyamit béo đúc phun bao gồm polyamit và các chất phụ gia được chọn từ axit orthophospho, axit hypophospho, các muối kim loại kiềm và các muối kiềm. Đơn patent Châu Âu số EP 88-305493 bộc lộ phương pháp trong đó natri hypophosphit và tác nhân tạo liên kết ngang được bổ sung vào polyamit béo mạch thẳng để cải thiện độ nhớt khi nóng chảy của nó.

Đã phát hiện rằng tính kháng màu của các polyamit nhất định có thể được cải thiện bằng cách phối trộn tiền chất polyamit với chất điều biến thuốc nhuộm cation, chẳng hạn như axit 5-sulfoisophtalic hoặc muối và các dẫn xuất khác của nó; hoặc đồng iodua có thể được sử dụng để ổn định hóa polyamit cho các sản phẩm đúc dùng trong lĩnh vực điện/điện tử và ô tô.

Trong khi không thực sự cần thiết đối với nhiều phương án của sáng chế, sự kéo dài chuỗi có thể được sử dụng nếu muốn. Các hợp chất kéo dài chuỗi thích hợp bao gồm các hợp chất bis-N-acyl bislactam, isophtaloyl bis-caprolactam (IBC), adipoyl bis-caprolactam (ABC), terphthaloyl bis-caprolactam (TBS), và các hỗn hợp của chúng.

Hơn nữa, polyme được chuyển đổi thành tơ. Tơ có độ bền kéo lớn hơn 9,0 g/d (7,947 cN/dtex) và độ giãn dài lớn hơn 18%. Theo một phương án, độ bền kéo của tơ có thể lớn hơn 9,0 g/d (7,947 cN/dtex); 9,5 g/d (8,3885 cN/dtex); 10 g/d (8,83 cN/dtex); 10,5 g/d (9,2715 cN/dtex); 11 g/d (9,713 cN/dtex); 11,5 g/d (10,1545 cN/dtex); và 12,0 g/d (10,596 cN/dtex) và độ giãn dài của tơ có thể lớn hơn 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, và 25%. Tỷ lệ đứt tơ khi kéo giãn là thấp hơn 2 trên mỗi cuộn sợi nặng 16 pao (7,257kg). Tốt hơn là, tỷ lệ đứt tơ là thấp hơn 2 trên mỗi cuộn sợi nặng 20 pao (9,072 kg), thấp hơn

2 trên mỗi cuộn sợi nặng 22 pao (9,98 kg), thấp hơn 2 trên mỗi cuộn sợi nặng 24 pao (10,886 kg), và thấp hơn 2 trên mỗi cuộn sợi nặng 26 pao (11,79 kg). Ngoài ra, polyme được sử dụng trong một số ứng dụng chẳng hạn như sợi, túi khí và các ứng dụng khác trong công nghiệp.

Quy trình polyme hóa nóng chảy

Có nhiều con đường hoặc lựa chọn để sản xuất các polyamit có trọng lượng phân tử cao theo sáng chế với độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối thấp và về cơ bản không có gel và các khuyết tật quang học. Thông thường, các yếu tố thay đổi trong quy trình liên tục theo sáng chế chẳng hạn như nhiệt độ, loại máy đùn, các chất điều biến, yếu tố chân không, v.v., và cách thức vận hành đều đã được người có hiểu biết trung bình trong cùng lĩnh vực kỹ thuật biết đến. Có nhiều phương pháp chế tạo polyme mong muốn. Phần hướng dẫn ở đây thể hiện việc sản xuất polyme polyamit tùy biến có độ nhớt tương đối mong muốn với rất ít hoặc không có hàm lượng gel, khuyết tật quang học thấp và cũng có khả năng tạo ra xơ và sợi thu được có hiệu suất cao và độ bền kéo cao.

Theo cách nói thông thường, các quy trình đã biết để sản xuất các polyamit là tạo ra polyme có trọng lượng phân tử thấp và sau đó tăng trọng lượng phân tử bằng nhiều cách thức khác nhau, thông thường liên quan đến nhiệt độ cao và thời gian lưu tương đối dài. Các sản phẩm có trọng lượng phân tử thấp được sản xuất bằng các quy trình sản xuất theo mẻ (nồi hấp) (tham khảo Big Chemical Encyclopedia, V19, [c.272], D. B. Jacobs and J. Zimmerman, in C. E. Schildknecht and I. Skeist, eds. *Polymeisation Processes, High Polymes*, Vol. XXIX. Wiley-Interscience, New York, 1977, pp. 424, 467. A very detailed review of nylon-6,6 polymeization. [c.277]), hoặc các quy trình liên tục (tham khảo patent Hoa Kỳ số US 6472501). Polyme trọng lượng phân tử thấp này sau đó được cấp vào quy trình polyme hóa trạng thái rắn để nâng trọng lượng phân tử đến mức cao mong muốn (tham chiếu trên Fig.2).

Để sản xuất sản phẩm theo sáng chế, polyme trọng lượng phân tử thấp có thể được sản xuất thông qua quy trình sản xuất theo mẻ trong nồi hấp và sau đó được xử lý thông qua sự polyme hóa ở trạng thái rắn (SSP) để đạt được trọng lượng phân tử cao. Các quy trình sử dụng nồi hấp đã được biết đến đối với các polyamit được tạo ra với lượng gel tương đối thấp, nhưng quy trình sản xuất theo mẻ nghiêng về có khả năng tạo độ nhớt tương đối cao. Để bù cho sự thay đổi độ nhớt tương đối vốn có trong quy trình sản xuất

theo lô trong nồi hấp, một nhu cầu lựa chọn theo lô sẽ có sự thay đổi độ nhớt tương đối hẹp hơn, đưa phần lớn vật liệu trước khi xử lý SSP, cho quy trình tương đối tốn kém và tốn nhiều công sức.

Một sự lựa chọn khác là sản xuất polyme trọng lượng phân tử thấp thông qua quy trình polyme hóa liên tục và sau đó xử lý polyme thông qua SSP để có trọng lượng phân tử cao. Các quy trình liên tục đã được biết đến là tạo ra độ nhớt tương đối rất đồng đều, nhưng các quy trình liên tục thông thường dễ có hàm lượng gel cao do các khu vực chết vốn có và thời gian lưu không đồng đều dẫn đến sự thoái biến và gel hóa polyme. Để khắc phục sự tạo gel trong quy trình polyme hóa liên tục, người thực hiện có thể cần kiểm tra kỹ mọi viên sản phẩm để phát hiện gel và loại bỏ chúng. Có thể sử dụng quy trình xử lý tự động bằng quang học hoặc khí nén; tuy nhiên điều này lại đòi hỏi quy trình tương đối tốn kém và tốn nhiều công sức mà có thể làm thay đổi chất lượng sản phẩm.

Lựa chọn thứ ba (tùy chọn 3) là quy trình sáng tạo được mô tả chi tiết ở đây liên quan đến kỹ thuật hoàn thiện nhờ chân không ở các thời gian lưu tương đối ngắn, không đòi sự tồn trữ vật liệu đáng kể cũng như các quy trình được thảo luận ngay trên đây.

Tùy chọn 3 là quy trình sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao bằng kỹ thuật hoàn thiện nhờ chân không. Việc hoàn thiện nhờ chân không là loại bỏ các thành phần dễ bay hơi và cho phép thu được polyme trọng lượng phân tử cao được sản xuất về cơ bản không có gel. Sự không có mặt các hợp chất dễ bay hơi và gel làm cho polyme tinh khiết hơn, đặc biệt phù hợp đối với việc sản xuất các phần đúc, xơ sợi và màng. Mức hợp chất dễ bay hơi thấp cũng làm giảm sự khí hóa và sự tạo lỗ rỗng trong các loại sợi tơ, các phần đúc và màng, do đó thu được các sản phẩm với đặc tính lý học rất tốt và năng suất sản xuất. Sự không có mặt của gel cũng sẽ cải thiện thời gian ép quay do có ít tạp chất, cải thiện phần đúc và khuyết tật màng và năng suất sản xuất. Quy trình theo sáng chế diễn ra không có hơi hoặc khí bổ sung hoặc phun vào trong suốt phần thứ hai của thiết bị phản ứng hoặc quy trình polyme hóa (phản ứng và đun dưới chân không trong máy đun hai trục vít). Nhiệt độ của nguyên liệu polyme tại điểm đầu vào ban đầu là xấp xỉ 285°C tăng lên cao nhất là khoảng 350°C, tốt hơn là thấp hơn 310°C, và tốt nhất là thấp hơn 290°C, tại điểm đầu ra của máy đun. Thời gian lưu để polyme được giữ trong máy đun là thấp hơn 60 giây, tốt hơn là thấp hơn 30 giây và tốt nhất là thấp hơn 20 giây. Độ chân không của quy trình là khoảng 26-28 in-sơ thủy ngân (660,4 – 711,2 mm Hg), và chất xúc tác (ví dụ, PPA (axit phenyl phosphoric)) có thể

được sử dụng nếu muốn. Có thể thấy rằng hơi nước hoặc hơi được loại bỏ ra khỏi máy đun trong khoảng thời gian khoảng ba mươi (30) giây. Polyme đi ra khỏi máy đun có thể tùy chọn được dẫn vào ống dẫn để thực hiện phản ứng tiếp, được chỉ định là khối lưu hỗn hợp phản ứng (Residence Time Block: RTB), đôi khi được gọi là bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng ở đây. RTB tùy chọn được cung cấp chi tiết lắp lồng dạng ống để đảm bảo phân bố thời gian lưu đồng đều và nhiệt độ nóng chảy đồng đều. Chi tiết lắp lồng dạng ống có thể là chi tiết lắp lồng trộn tĩnh; các kết cấu khác nhau và kiểu chi tiết lắp lồng dạng ống khác nhau đã có mặt trên thị trường do công ty Koch Heat Transfer Company cung cấp và việc sử dụng chúng được thảo luận trong tài liệu tham khảo Quy trình kỹ thuật hóa học, số tháng chín năm 2012, các trang 19-25, tác giả Shilling, Richard, L. (Chemical Engineering Process, September 2012, pages 19-25; Shilling, Richard, L.) Thời gian lưu trong RTB có thể thay đổi trong khoảng từ 30 giây đến 5 phút và lên đến 10 phút. Nhiệt độ nóng chảy có thể thích hợp là từ 290°C và có thể lên đến tối đa là 350°C.

Theo quy trình ưu tiên của sáng chế, sự kết hợp của nhiệt và cơ học (chuyển động của polyme qua máy đun) làm loại bỏ nước được tạo ra trong phản ứng polyme hóa. Tuy nhiên, điều này có mục đích giảm thiểu việc tạo ra nước (không giống các giải pháp đã có) không bằng cách phun hơi nước bổ sung vào phản ứng tại giai đoạn ngưng tụ sau phản ứng. Hơi nước được bổ sung ở bước polyme hóa ban đầu. Đã phát hiện rằng phản ứng diễn ra mà không có hơi nước bổ sung thường được bộc lộ trong giải pháp đã có. Điều này dẫn đến hiệu suất cao hơn cho thiết bị và hoạt động liên tục hơn do các cửa ra ít bị bít tắc. Trong khi patent Hoa kỳ số US 5,543,495 (cấp năm 1996 cho DuPont) đã bộc lộ quy trình sản xuất Nylon 6,6 có trọng lượng phân tử cao có sử dụng hơi nước bổ sung và chất xúc tác trong toàn bộ quá trình. Độ nhớt tương đối của sản phẩm đã thể hiện là được tăng lên, tuy nhiên không có thảo luận liên quan đến sự tạo gel hoặc tạp chất.

Sáng chế sẽ được hiểu rõ hơn dựa trên các phương pháp thử nghiệm dưới đây, các diễn giải bổ sung, các hình vẽ kèm theo và các ví dụ sau đây.

Phương pháp thử nghiệm

Các đặc tính cơ học và hóa học của polyme và sợi tơ kéo được đo lại sử dụng các phương pháp thử nghiệm sau đây:

Độ nhớt tương đối (RV) của nylon là tỷ lệ các độ nhớt trong dung dịch hoặc dung môi được đo trong thiết bị đo độ nhớt mao dẫn ở nhiệt độ 25°C (theo tiêu chuẩn ASTM D 789 – American Standard Test Methods for Determination of Solution Viscosities of Polyamide). Dung môi là axit formic chứa 10% theo trọng lượng là nước và 90% theo trọng lượng là axit formic. Dung dịch có chứa 8,4% theo trọng lượng polyme được hòa tan trong dung môi.

Độ nhớt tương đối, (η_r) , là tỷ lệ độ nhớt tuyệt đối của dung dịch polyme trên độ nhớt tuyệt đối của axit formic:

$$\eta_r = (\eta_p / \eta_f) = (f_r \times d_p \times t_p) / \eta_f$$

trong đó: d_p = tỷ trọng của dung dịch axit formic-polyme ở nhiệt độ 25°C

t_p = thời gian chảy trung bình đối với dung dịch axit formic-polyme, tính bằng giây (s)

η_f = độ nhớt tuyệt đối của axit formic, đơn vị kPa.s (10^6 cP)

f_r = hệ số ống đo của thiết bị đo độ nhớt, mm²/giây (cSt)/giây = η_r / t_3

Công thức tính thông thường cho mẫu có độ nhớt tương đối 50 là:

$$\eta_r = (f_r \times d_p \times t_p) / \eta_f$$

trong đó

f_r = hệ số ống đo của thiết bị đo độ nhớt, thường là 0,485675 cSt/s (centistokes/giây)

d_p = tỷ trọng của dung dịch polyme – axit formic, thường là 1,1900 g/ml

t_p = thời gian chảy trung bình đối với dung dịch axit formic- polyme, thường là 135,00 giây (s)

η_f = độ nhớt tuyệt đối của axit formic, thường là 1,56 cP

cho độ nhớt tương đối là

$$\eta_r = (0,485675 \text{ cSt/s} \times 1,1900 \text{ g/ml} \times 135,00 \text{ s}) / 1,56 \text{ cP} = 50,0$$

Thời hạn t_3 là thời gian chảy của dầu hiệu chuẩn được sử dụng trong xác định độ nhớt tuyệt đối của axit formic theo yêu cầu được nêu ra trong ASTM D789.

Bảng dưới đây so sánh phương pháp thử nghiệm độ nhớt tương đối theo ASTM

D789 với các phương pháp đo độ nhớt tiêu chuẩn khác.

Bảng chuyển đổi dùng cho các phương pháp thử nghiệm độ nhớt tương đối: Độ nhớt tương đối

ASTM D789	JIS K 6920-2	ISO 307
Axit formic (90%)	Axit sulfuric (98%)	Axit sulfuric (95,7%)
40	2,5	2,4
45	2,7	2,5
50	2,8	2,7
55	2,9	2,8
60	3,0	2,9
65	3,1	3,0
70	3,2	3,1
75	3,3	3,1
80	3,4	3,2
85	3,5	3,3

Độ lệch chuẩn và độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối

Các sản phẩm theo sáng chế được đặc trưng bởi độ nhớt tương đối chính xác lớn hơn 50 khi đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90% như được chỉ ra ở trên, trong đó độ nhớt tương đối chính xác có độ lệch chuẩn về độ nhớt tương đối là thấp hơn hoặc bằng 1,25. Độ lệch chuẩn về độ nhớt tương đối của vật liệu là độ lệch chuẩn trong độ nhớt tương đối của vật liệu lấy ở ít nhất 15 mẫu được chọn ngẫu nhiên của vật liệu đó. Tốt hơn là, các mẫu được chọn ngẫu nhiên được chọn ngẫu nhiên từ khối lượng gồm 5 pao (2,268 kg) sản phẩm được phối trộn đều, hoặc nhiều hơn. Tốt hơn nữa là, ít nhất 25 mẫu được chọn và phân tích từ khối lượng gồm 10 pao (4,536 kg) sản phẩm hoặc nhiều hơn.

Độ lệch chuẩn của mẫu được xác định như sau:

$$S_N = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}$$

trong đó $x_1, x_2, \dots, x_N$ là các giá trị đo được của các mẫu và $\bar{x}$ là giá trị trung bình của các giá trị đo được, trong khi mẫu số N là kích thước của mẫu: đây là căn bậc hai của phương sai mẫu, là giá trị trung bình của độ lệch bình phương về trung bình mẫu.

Denier (theo tiêu chuẩn ASTM D 1577) là mật độ tuyến tính của xơ được biểu diễn bằng trọng lượng tính bằng gam của 9000 m xơ. Tơ đơn được xử lý ở độ ẩm tương đối là $55 \pm 2\%$, và nhiệt độ là $75^\circ \pm 2^\circ\text{F}$ ($24 \pm 1^\circ\text{C}$) trên cuộn sợi trong thời gian 24 giờ khi sợi tơ đơn đã già hóa hơn mười ngày kể từ khi sản xuất. Mẫu sợi tơ đơn dài 0,9 m được cân lại và denier được tính là trọng lượng tính bằng gam của 9000 m mẫu. 9 denier được tính bằng 10 decitex (dtex). Các thử nghiệm về denier, và độ bền kéo trên các mẫu xơ ngắn được thực hiện ở các điều kiện nhiệt độ tiêu chuẩn và độ ẩm tương đối được quy định bởi hệ phương pháp ASTM. Cụ thể là, các điều kiện tiêu chuẩn có nghĩa là nhiệt độ $70 \pm 2^\circ\text{F}$ ($21 \pm 1^\circ\text{C}$) và độ ẩm tương đối là $65\% \pm 2\%$.

Các đặc tính kéo căng chẳng hạn như độ bền kéo, độ bền kéo đến khi đứt và độ giãn dài của sợi tơ đơn và sợi đa tơ được xác định theo tiêu chuẩn ASTM D 885M. Trước khi thử nghiệm kéo căng đối với các sợi tơ đơn đã được xe sợi, sợi tơ đơn được đóng thành kiện trong khoảng thời gian xác định tối thiểu ở độ ẩm tương đối là $55 \pm 2\%$ và nhiệt độ $75^\circ \pm 2^\circ\text{F}$ ($24 \pm 1^\circ\text{C}$). Khoảng thời gian này là (trừ khi có chỉ định ngược lại) là 24 giờ khi sợi tơ được già hóa sau thời gian nhiều hơn 10 ngày kể từ khi xe sợi. Mẫu được hút kiệt không khí trước khi thử nghiệm. Việc ghi chép lại được sử dụng để mô tả thuộc tính ứng suất/biến màu của sợi tơ đơn đã xe. Các mẫu được kẹp trong các kẹp được kích hoạt bằng không khí được duy trì ở áp suất ít nhất là 40 psi. Các mẫu được kéo dẫn đến khi đứt trong khi liên tục ghi lại ứng suất của sợi tơ đơn dưới dạng hàm số phụ thuộc vào kéo căng. Độ dài định cỡ ban đầu là 10 in (25,4 cm), và tốc độ cắt đầu được duy trì ở tốc độ không đổi 6 in/phút (15,3 cm/phút). Những người có hiểu biết trung bình trong cùng lĩnh vực kỹ thuật sẽ được đánh giá rằng trong khi theo sáng chế có thể sử dụng chủ yếu trong sợi tơ đơn, các sợi đa tơ có thể được chế tạo từ các polyme tùy biến. Độ bền đứt được ghi lại là tải trọng tối đa tính theo pao hoặc kilogram và độ giãn dài xác định là độ căng tính theo phần trăm trước khi đứt mẫu. Độ bền kéo được tính toán là độ bền đứt chia cho denier (sau khi hiệu chỉnh đối với độ giãn dãn bất kỳ trên sợi tơ) và được biểu diễn là gam trên denier (g/d).

Thử nghiệm vật liệu không tan và thông số hàm lượng gel

Thử nghiệm vật liệu không tan được thực hiện trong đó mẫu đại diện của sản phẩm polyme (tốt nhất là ít nhất 50 gam) được hòa tan trong dung môi thích hợp, trong trường hợp này là dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C và được xử lý như sau.

Dung dịch chứa polyme thu được axit formic được lọc (lỗi lọc là polypropylen AN1H04700 loại có đường kính 47 mm với kích thước mao quản là 10 µm của công ty EMD Millipore) và sau đó lỗi lọc được rửa với dung dịch axit formic mới ở nhiệt độ 25°C để loại bỏ polyme còn lại. Việc rửa tiếp với hóa chất metanol được thực hiện và lỗi lọc và vật liệu còn lại trên đó sau đó được sấy khô đến trọng lượng không đổi. Độ chênh lệch trọng lượng của lỗi lọc sau khi lọc và trọng lượng trừ bì của lỗi lọc trước khi sử dụng được xác định là khối lượng vật liệu không tan trong sản phẩm. Nồng độ và kích thước mẫu được sử dụng được lựa chọn để cho phép thu được lượng chất không tan có thể đo được chính xác. Các chất không tan có thể bao gồm gel, các chất bẩn trong môi trường, kim loại, các chất phụ gia biến chất và các chất bẩn khác liên quan đến quy trình sản xuất hoặc không liên quan đến quy trình sản xuất. Vì phát hiện thấy rằng các chất không tan liên quan chặt chẽ đến hàm lượng gel trong hầu hết các trường hợp, các kết quả được thể hiện dưới dạng thông số hàm lượng gel trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C như được nhìn thấy trong cách thức tính được dẫn chứng sau đây.

Cách thức tính mẫu/quy trình thông thường:

88,0 g nhựa được hòa tan trong 800 mL dung dịch chứa 90% axit formic và 10% nước ở nhiệt độ 25°C và lọc chân không.

Trọng lượng bắt đầu lọc là 85000 mg.

Sau khi xả sạch với axit formic sạch và metanol sạch, và sấy khô đến trọng lượng không đổi, trọng lượng của lỗi lọc cùng với gel là 86,375 mg.

$(86,375 - 85,000)/1000 \text{ mg/g}/88,0) \times 10^6 = 15,6 \text{ ppm}$ là hợp chất không tan hoặc thông số hàm lượng gel là 15,6 ppm.

Xác định mức khuyết tật quang học trung bình sử dụng các phép đo được ban hành bởi công ty Optical Control System (OCS)

Các khuyết tật quang học được đo bằng công cụ thử nghiệm được ứng dụng bởi nhà cung cấp dựa trên thiết bị được sử dụng (Optical Control Systems GmbH, mã máy PS-25 C). Thiết bị sử dụng camera Linh kiện tích điện kép (Charge Coupled Device: CCD), với thấu kính hội tụ/khuếch đại, ghi lại được 30 ảnh trên mỗi giây. Độ phân giải của camera là 63 µm trên mỗi điểm ảnh. Camera được đặt ở góc 90°, vuông góc trên hệ

thống vận chuyển mẫu. Hệ thống vận chuyển này sử dụng sàn rung để vận chuyển mẫu đi qua thị trường của camera ở tốc độ không đổi. Sàn rung này được làm bằng vật liệu màu trắng và cũng được sử dụng làm hậu cảnh cho việc phân tích. Kích thước mẫu thông thường là từ 0,5 đến 5 kg cho các viên hình trụ kích thước 2,5 - 3 mm. Được đặt giữa thị trường của mẫu là nguồn sáng hình khuyên phát ra ánh sáng nhìn thấy có bước sóng thông thường giữa 400 và 700 nm. Nguồn sáng có thể là bóng đèn huỳnh quang dạng vòng hoặc mảng đi-ốt phát sáng (Light emitting diodes: LED). Camera chụp thị trường của mẫu thông qua lỗ hình khuyên trong nguồn sáng. Do mẫu được vận chuyển đi qua thị trường, hệ thống camera ghi lại hình ảnh hiển thị được phản xạ lại. Phần mềm này cũng mô tả các khuyết tật này dựa trên màu sắc (lên đến năm loại khác nhau) và kích thước của khuyết tật. Kích thước khuyết tật được phân loại thành nhiều loại từ 63 μm lên đến kích thước lớn nhất được chọn. Đường kính biểu kiến được tính toán từ thể tích khuyết tật có thể tạo ra. Hệ thống này biểu diễn mức khuyết tật quang học trung bình ở đơn vị phần triệu (ppm) (với giả thiết rằng tỷ trọng không đổi) dựa trên các khuyết tật trong phạm vi kích thước từ 25 μm đến 5 mm. Phân tích này phát hiện được gel, hạt bụi màu đen, mắt cá, lỗ, và các nếp gấp, vết phồng rộp, rỗ trong lớp phủ, giọt nước, vết dầu, côn trùng, đường đục, các chất bẩn và bong bóng. Phương pháp này xác định các mức khuyết tật này thường phù hợp để phân tích màng thay vì viên theo tiêu chuẩn ASTM 7310, nhưng các đặc điểm khác về cơ bản là giống nhau.

Tham chiếu trên Fig.1, đây là hình vẽ thể hiện thiết bị sản xuất 10 được ưu tiên để sản xuất các sản phẩm polyamit theo sáng chế. Thiết bị sản xuất 10 bao gồm thiết bị hóa hơi 12, thiết bị phản ứng liên tục hình ống 14 được trang bị thiết bị giải nén/thay đổi áp suất, bộ trao đổi nhiệt 16, bộ phân tách pha 18, bình hiệu chỉnh 20, máy đun hai trục vít 22 được cung cấp với động cơ 24, khối xác định thời gian hoặc bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng 26 cũng như thiết bị tạo viên 28.

Khi hoạt động, dung dịch muối nylon được cấp vào thiết bị bay hơi 12 để cô cạn dung dịch, rồi được cấp cùng với chất xúc tác vào thiết bị phản ứng liên tục hình ống 14 để thực hiện phản ứng polyme hóa nylon đến độ nhớt tương đối khoảng 3-20. Polyme được giải nén và được duy trì ở dạng nóng chảy và được gia nhiệt với bộ trao đổi nhiệt 16 trước khi được cấp vào bộ phân tách pha 18 để loại bỏ các hợp chất dễ bay hơi như được mô tả dưới đây.

Từ bộ phân tách pha, nylon có trọng lượng phân tử thấp được cấp vào bình hiệu chỉnh 20 để loại bỏ hơi ẩm và nylon còn được polyme hóa đến độ nhớt tương đối khoảng 30-45. Trong bình hiệu chỉnh 20, polyme nóng chảy được bao phủ với khí trơ và/hoặc hơi nước. Sau khi ra khỏi bình hiệu chỉnh 20, polyme nóng chảy, tốt nhất là có thêm chất xúc tác, được cấp vào máy đùn hai trục vít 22 được kích hoạt bằng động cơ 24. Máy đùn hai trục vít được vận hành dưới độ chân không cao để loại bỏ hơi ẩm và các chất dễ bay hơi khác, thường có độ chân không cao hơn 600 mm Hg, và nylon có trọng lượng phân tử thấp còn được polyme hóa trong thời gian lưu tương đối ngắn trong máy đùn; thường là thấp hơn 1 phút, để làm tăng độ nhớt tương đối polyme nóng chảy lên cao hơn 50, có thể hoặc thích hợp là trên 75 hoặc cao hơn nữa. Máy đùn hai trục vít thường được vận hành ở nhiệt độ vùng khoang chứa được đặt giữa 275 hoặc 285 và 350°C. Tốt nhất là gần bằng 285°C chẳng hạn như từ 280 đến 290°C. Các trọng lượng phân tử cao hơn, chẳng hạn như độ nhớt tương đối là 75 hoặc cao hơn đạt được với nhiệt độ của máy đùn cao hơn chẳng hạn như trên 300°C hoặc cao hơn. Tùy chọn, máy đùn được vận hành ở nhiệt độ dưới 300°C và polyme nóng chảy được cấp vào bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng 26 tại đó vật liệu được polyme hóa thêm trước khi được cấp vào thiết bị tạo viên 28, sao cho có thể đạt được độ nhớt tương đối là 75 hoặc cao hơn với nhiệt độ nóng chảy dưới 300°C.

Các polyamit có độ nhớt tương đối chính xác là 80 và cao hơn và hàm lượng gel thấp đã được sản xuất trong thiết bị sản xuất 10 như được mô tả trong các ví dụ dưới đây.

Thiết bị sản xuất 10 theo sáng chế là phương án thay thế cho quy trình SSP đòi hỏi tồn trữ một lượng vật liệu lớn như được thể hiện trên Fig.2.

Trên Fig.2 có thể hiện thiết bị sản xuất SSP 30 bao gồm xilô chứa vật liệu ướt dạng mảnh 32, các phễu cấp liệu 34, 35 và bình kết tinh 38. Fig.2 còn thể hiện tháp SSP 40, cũng như các phễu thu sản phẩm 42, 44, các bộ điều chỉnh nhiệt và độ ẩm tại các vị trí được tham chiếu bằng số chỉ dẫn 46, 48, cũng như tháp xilô điều chỉnh độ ẩm 50 và phễu cấp chất đệm 52.

Khi hoạt động, các mảnh polyme được tạo ra theo quy trình thương mại hóa có giá trị độ nhớt tương đối trong khoảng 35-45 hoặc cao hơn được cấp vào tháp SSP 40 và được giữ ở nhiệt độ từ 150°C đến 190°C trong thời gian lưu là từ 1 đến 48 giờ để làm

tăng trọng lượng phân tử. Không xét đến chi phí bổ sung về mặt thiết bị và lưu kho thì quy trình SSP được mô tả ở trên tạo ra polyamit có độ lệch chuẩn về độ nhớt tương đối cao hơn thiết bị sản xuất 10 được mô tả ở trên. Ngoài ra, cũng khó kiểm soát các thông số hàm lượng gel và các mức khuyết tật quang học mà phụ thuộc vào chất lượng của nguyên liệu có trọng lượng phân tử thấp được cấp vào tháp SSP và mức độ kiểm soát được thực hiện trong quy trình SSP.

Chất lượng sản phẩm được phản ánh một phần qua thông số hàm lượng gel là yếu tố tương quan với các hạt không tan trong sản phẩm và có thể liên quan đến các đặc tính biểu kiến và tạo xơ của sản phẩm phụ thuộc vào kích thước gel và mức độ gel trên cơ sở thể tích. Gel được tin là được tạo ra với một lượng lớn nhờ sự phân hủy nhiệt của polyme, chất xúc tác và các chất phụ gia trong hệ thống. Không bị ràng buộc bởi bất kỳ lý thuyết nào, người ta tin rằng sự gel hóa là hàm số phụ thuộc vào thời gian và nhiệt độ. Ảnh hiển vi trên Fig.3 là các hình ảnh dạng vẽ trên các ảnh chụp hiển vi chiếu sáng và huỳnh quang tương ứng của các sợi tơ đứt thứ nhất (Fig.3A, Fig.3B) và thứ hai (Fig.3C, Fig.3D) được quan sát trong khi sản xuất xơ từ Nylon 6,6. Các vết đứt có thể thể hiện vật liệu gel như được chứng minh bằng sự phát huỳnh quang và chúng không tan trong axit formic. Các thể gel quan sát được có phạm vi kích thước khoảng 18 μm và thấp hơn. Có thể quan sát được trên Fig.3 rằng các thể gel thường được kết hợp với các vết đứt và có thể là nguyên nhân gây ra nhiều sự đứt gãy.

Chất lượng sản phẩm cũng được phản ánh một phần qua độ lệch chuẩn về độ nhớt tương đối tương thích không mong muốn với khả năng sản xuất polyamit thành xơ, màng và các vật đúc như được thể hiện trong các ví dụ dưới đây. Nylon 6,6 có độ nhớt tương đối 85 được sản xuất bằng quy trình và thiết bị sản xuất trên Fig.1 có độ lệch chuẩn về độ nhớt tương đối là 0,83, trong khi Nylon 6,6 có độ nhớt tương đối 85 được sản xuất bằng quy trình và thiết bị sản xuất trên Fig.2 có độ lệch chuẩn về độ nhớt tương đối là 1,4, mức biến thiên cao hơn khoảng 75%. Chi tiết về sự phân bố độ nhớt tương đối của sản phẩm được thể hiện trên Fig.4 và Fig.5.

Các ví dụ của sáng chế

Ví dụ 1: Đa trùng ngưng liên tục polyamit 6,6 (cũng được biết đến là PA66, N66)

Sự đa trùng ngưng liên tục PA66 được bắt đầu thực hiện sử dụng thiết bị sản xuất trên Fig.1, cô đặc dung dịch muối AH (muối của axit adipic và hexanmetylendiamin,

sản phẩm trung gian của quy trình sản xuất PA66) ở nồng độ 2 bar để thu được xấp xỉ 85% chất rắn. Dung dịch muối nóng này sau đó được đưa vào thiết bị phản ứng đa trùng ngưng đã được nung nóng vỏ bọc ngoài ở ba giai đoạn từ 204 đến 270°C, với nhiệt độ dung dịch tăng lên đến 230°C với áp suất là 18,5 bar. Hợp chất tiền trùng ngưng được loại bỏ ra khỏi khoang chứa ở đầu ra thiết bị phản ứng nhờ bơm đẩy và nén trên thiết bị giảm áp/thay đổi áp suất đã được gia nhiệt đến 290°C, với áp suất cuối cùng chỉ là 1 bar. Tiền chất polyme trùng ngưng sau đó chảy qua bộ phân tách pha và sau đó là bộ hiệu chỉnh, sao cho lượng nước còn lại cuối cùng bay hơi hợp chất tiền trùng ngưng có nhiệt độ 275°C. Bơm đẩy ép vật liệu thông qua ống dẫn polyme vào máy đun hai trục vít với nhiệt độ vùng khoang chứa được đặt ở 275°C. Nhiệt độ được nâng lên và được giữ trong thời gian khoảng 20-30 giây ở nhiệt độ 350°C. Máy đun có hai lỗ hút chân không hoạt động ở áp suất 28 inHg (711,2 mm Hg). Polyme hiện có được bơm qua khuôn ép đùn và được tạo viên.

Sản phẩm polyme Nylon 6,6 thường có độ nhớt tương đối chính xác là lớn hơn 50 với độ lệch chuẩn về độ nhớt tương đối là bé hơn hoặc bằng 1,25, thông số hàm lượng gel là thấp hơn 50 ppm như được xác định bằng nồng độ phân triệu của hạt không tan có kích thước lớn hơn 10 µm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C; và mức khuyết tật quang học trung bình là thấp hơn 2000 phần triệu (ppm) khi được đo bằng cách quét quang học các viên polyme.

Các ví dụ từ 2 đến 5

Các thử nghiệm khử thành phần dễ bay hơi được thực hiện sử dụng máy đun hai trục vít W/P (Werner và Pfleiderer) kích thước 40 mm thuộc lớp thiết bị được thể hiện trên Fig.1. Tỷ lệ chiều dài/đường kính (L/D) của máy đun là 56 và máy đun có 14 khoang đun. Trục vít được thiết kế với phần làm nóng chảy và hai khu vực khử thành phần dễ bay hơi. Ống hút chân không (lỗ thoát hơi) được trang bị cho máy đun. Mỗi lỗ thoát được nối với bơm chân không được nối với bơm chân không vòng chất lỏng được vận hành để duy trì độ chân không định trước tại các lỗ thoát hơi này. Các trục vít được thiết kế để tạo ra các nút bịt ngăn vật liệu nóng chảy chảy ngược lên mỗi ống hút chân không. Bộ cấp liệu được sử dụng để cấp chính xác các viên polyme. Khuôn dẫn 5 lỗ (đường kính 4 mm) được lắp tại đầu của máy đun. Các thử nghiệm được thực hiện ở công suất từ 125 đến 200 pao/giờ (56,7 đến 90,7 kg/giờ) và tốc độ quay trục vít là giữa 300 và 500

vòng/phút. Nhiệt độ xử lý là giữa 265 và 350°C. Sợi polyme đùn được làm nguội trong bể nước kích thước 5 feet (152,4 cm), và được tạo viên với máy cắt tạo viên. Đầu dò nhiệt độ điện tử cầm tay từ EDL được sử dụng để đo nhiệt độ polyme nóng chảy ở đầu ra của khuôn dẫn.

Các phép đo độ nhớt (độ nhớt tương đối) được thực hiện trong axit formic. Thời gian lưu được đo sử dụng các viên vật liệu được nhuộm màu.

Chi tiết và kết quả được thể hiện trong bảng dưới đây.

Sự khử thành phần dễ bay hơi chỉ sử dụng máy đùn hai trục vít:

Mẫu	Tốc độ cấp liệu pao/giờ (kg/giờ)	Tốc độ trục vít (Vòng/phút)	Thời gian lưu trong máy đùn	Nhiệt độ nóng chảy (°C)	Độ nhớt tương đối (RV) của nguyên liệu	RV của sản phẩm cuối	Độ lệch chuẩn RV	Mức khuyết tật quang học thông thường
2	125 (55,699)	450	32 giây	350	42	89	1,41	1670
3	150 (68,039)	450	30 giây	340	42	80	2,12	1600
4	175 (79,379)	450	28 giây	330	42	75	0,35	1440
5	200 (90,718)	450	24 giây	322	42	66	1,90	1358

Các ví dụ từ 6 đến 8:

Tiếp theo quy trình trên các ví dụ từ 2 đến 5, khối lưu hỗn hợp phản ứng (khối RTB) (bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng) được lắp vào đầu ra của máy đùn. Khuôn cắt tạo viên được lắp tại đầu ra của khối RTB. Đường kính của ống dẫn thuộc khối RTB là 2,2 in (55,88 mm) và dài 3 feet (91,44 cm). Cơ cấu trộn tĩnh có sự giảm sút nhiệt độ thấp (Low pressure drop: LPD) từ Ross Engineering được lắp vào bên trong ống dẫn thuộc khối RTB này. Mục đích chính của khối RTB là để tạo ra các polyme có độ nhớt tương đối cao ở nhiệt độ nóng chảy thấp hơn. Nhiệt độ cao hơn làm cho sự tạo gel cao hơn và tạo nên các vết ố màu đen. Có thể thấy rõ từ các ví dụ 6 và ví dụ 7 là nhiệt độ nóng chảy cao hơn với tốc độ cấp liệu thấp hơn và tốc độ quay trục vít. Nhiệt độ nóng chảy cao hơn không những làm tăng độ nhớt tương đối mà nó còn làm cho các sản phẩm có khả năng bị phân hủy cao hơn.

Thời gian lưu thích hợp bên trong khối RTB là thời gian phản ứng đủ để đạt đến độ nhớt tương đối ở hàm lượng ẩm cân bằng

Chi tiết và kết quả được thể hiện trong bảng dưới đây.

Sự khử thành phần dễ bay hơi sử dụng máy đun hai trục vít và RTB

Mẫu	Tốc độ cấp liệu (pao/giờ) (kg/giờ)	Tốc độ trục vít (Vòng/phút)	Thời gian lưu (tổng cộng) trong máy đun + khối RTB	Nhiệt độ nóng chảy (°C)	Độ nhớt tương đối (RV) của nguyên liệu	RV của sản phẩm cuối	Độ lệch chuẩn RV	Hàm lượng gel	Mức khuyết tật quang học thông thường
6	125 (55,699)	450	112 giây	315	42	88	1,17	16,4	1792
7	150 (68,039)	450	100 giây	310	42	83	0,77	12,6	1360
8	150 (68,039)	450	98 giây	318	46*	95	1,77	15,3	1920

*Polyme có thành phần khác

Ví dụ 9:

Nhằm mục đích so sánh, polyme Nylon 6,6 được sản xuất bằng cách cấp bông polyme nylon 6,6 có trọng lượng phân tử thấp vào tháp SSP như được thể hiện và mô tả liên quan đến Fig.2 và được polyme hóa ở trạng thái rắn sao cho sản phẩm cuối cùng có độ nhớt tương đối là 85.

Các ví dụ từ 10 đến 13:

Trong các ví dụ này, sợi đa tơ nylon 6,6 có độ bền kéo cao thích hợp để làm sợi lớp được kéo sợi từ polyme sản xuất theo quy trình đun phản ứng thông thường được mô tả trong các ví dụ từ 1 đến 8. Polyme nylon 6,6 ở dạng bông chứa 150 ppm axit benzen phosphinic, 70 ppm đồng ở dạng đồng bromua và kali ở dạng kali bromua và kali iodua và có độ nhớt tương đối khoảng 85 và các nhóm amin và cacbonyl cân bằng được kéo sợi nóng chảy theo cách thức thông thường để tạo ra sợi đa tơ dạng xơ. Polyme nylon 6,6 ở dạng bông với sáng chế được mô tả trong các ví dụ từ 2 đến 8 được cấp từ xilô chứa riêng biệt trên máy đun sau đó qua khu vực làm nguội và khu vực kéo. Tỷ số kéo được xác định là tỷ số giữa tốc độ quay cao nhất và tốc độ quay thấp nhất. Các kết

quả được so sánh với quy trình SSP khi polyme nylon 6,6 ở dạng bông được tạo ra từ dây chuyền polyme hóa liên tục và sau đó là tháp polyme hóa ở trạng thái rắn để làm tăng độ nhớt tương đối của polyme đến 85 (Ví dụ 9). Hiệu quả kéo sợi của bông polyme từ mỗi phương pháp được xác định bằng thử nghiệm ứng suất khi tỷ số kéo tăng dần từng mức và số lượng sợi đa tơ bị đứt trung bình cho mỗi mức được ghi lại sử dụng công cụ phát hiện sợi đa tơ bị đứt trực tuyến. Các cuộn sợi được thu gom từ mỗi tỷ số kéo và các đặc tính lý học của sợi thu được được thử nghiệm. Chất lượng của sợi được xác định bằng số lượng tơ bị đứt trung bình trong khi kéo sợi khi sợi được kéo giãn đến mức đạt đến 9,5 g/d (8,3885 cN/dtex). Các kết quả trong bảng dưới đây thể hiện sợi xơ được sản xuất từ bông nylon 6,6 từ quy trình thông thường được mô tả trong các ví dụ từ 1 đến 8 có khả năng đạt được độ bền kéo là 9,5 g/d (8,3885 cN/dtex) ở lượng sợi tơ bị đứt trung bình thấp hơn trên mỗi phút. Lượng gel tan không tan trong axit formic cũng được báo cáo. Polyme từ quy trình đun trong điều kiện chân không có xảy ra phản ứng cho thấy lượng thành phần không tan thấp so với polyme được sản xuất từ sự polyme hóa liên tục sau đó là quy trình SSP.

Chi tiết và kết quả được thể hiện trong bảng dưới đây.

Ví dụ	Quy trình	Độ nhớt tương đối (RV) của polyme	Lượng sợi đứt trung bình/phút ở lực kéo 9,5 g/d	Hàm lượng gel (ppm)	Độ lệch chuẩn RV	Mức khuyết tật quang học trung bình (ppm)
10	SSP	85	0,95	11,6	1,6	187
11	SSP	85	0,81	10,6	1,3	272
12	Đùn chân không có phản ứng	85	0,35	8,4	0,6	1472
13	Đùn chân không có phản ứng	85	0,07	9,7	0,7	704

Vật liệu SSP có mức khuyết tật quang học rất tốt; nhưng thể hiện tỷ lệ đứt tơ cao. Không có ràng buộc bởi bất kỳ lý thuyết nào, có thể tin rằng hiệu quả kéo sợi tương thích mạnh với hàm lượng gel và/hoặc độ lệch chuẩn về độ nhớt tương đối hơn so với các mức khuyết tật quang học.

Sợi nylon đa tơ và cách sử dụng chúng trong sợi lớp được thảo luận ở một số nội dung trong patent Hoa Kỳ số US 7,159,381, patent Hoa Kỳ số US 4,720,943 và patent Hoa Kỳ số US 4,416,935.

Liệt kê các phương án ưu tiên của sáng chế.

Do đó polyme được đề xuất trong phương án polyme polyamit thứ nhất theo sáng chế là polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao, trong đó polyme polyamit khác biệt ở chỗ có độ nhớt tương đối chính xác lớn hơn 50 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%, trong đó độ nhớt tương đối chính xác có độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối là thấp hơn hoặc bằng 1,25.

Phương án polyme polyamit thứ hai được đề xuất ở dạng polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao, trong đó polyme polyamit khác biệt ở chỗ:

độ nhớt tương đối lớn hơn 50 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%;

thông số hàm lượng gel là thấp hơn 50 ppm khi được đo dưới dạng nồng độ phần triệu của các hạt không tan kích thước lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C; và

mức khuyết tật quang học trung bình là thấp hơn 2000 phần triệu (ppm) khi được đo bằng cách quét quang học các viên polyme.

Phương án polyme polyamit thứ ba được đề xuất ở dạng polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao, trong đó polyme polyamit khác biệt ở chỗ:

độ nhớt tương đối lớn hơn 50 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%; và

thông số hàm lượng gel thấp hơn 50 ppm khi được xác định bằng nồng độ phần triệu của các hạt không tan kích thước lớn hơn các hạt không tan kích thước lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C.

Phương án polyme polyamit thứ tư của sáng chế được đề xuất ở dạng polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao, trong đó polyme polyamit khác biệt ở chỗ:

độ nhớt tương đối chính xác lớn hơn 50 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%, trong đó độ nhớt tương đối chính xác có độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối thấp hơn hoặc bằng 1,25;

thông số hàm lượng gel thấp hơn 50 ppm khi được xác định bằng nồng độ phần triệu của các hạt không tan kích thước lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng

độ 90% ở nhiệt độ 25°C; và

mức khuyết tật quang học trung bình thấp hơn 2000 phần triệu (ppm) khi được đo bằng cách quét quang học các viên polyme.

Các phương án bổ sung bao gồm sau đây:

Phương án polyme polyamit thứ năm là polyme polyamit theo phương án polyme polyamit bất kỳ từ thứ nhất đến thứ tư, trong đó polyme là polyme Nylon 6,6.

Phương án polyme polyamit thứ sáu là polyme polyamit theo phương án polyme polyamit bất kỳ từ 1 đến 4, trong đó polyme là polyme Nylon 6.

Phương án polyme polyamit thứ bảy là polyme polyamit theo phương án polyme polyamit bất kỳ từ thứ nhất đến thứ tư trong đó polyme là hợp chất đồng trùng hợp ngẫu nhiên của Nylon 6,6 và Nylon 6.

Phương án polyme polyamit thứ tám là polyme polyamit theo phương án bất kỳ trong số các phương án polyme polyamit ở trên, trong đó độ nhớt tương đối lớn hơn 70 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%.

Phương án polyme polyamit thứ chín là polyme polyamit theo phương án bất kỳ trong số các phương án polyme polyamit ở trên, trong đó độ nhớt tương đối lớn hơn 90 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%.

Phương án polyme polyamit thứ mười là polyme polyamit theo phương án bất kỳ trong số các phương án polyme polyamit ở trên, trong đó độ nhớt tương đối nằm trong phạm vi từ 50 đến 200 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%.

Phương án polyme polyamit thứ mười một là polyme polyamit theo phương án bất kỳ trong số các phương án polyme polyamit ở trên, trong đó độ nhớt tương đối nằm trong phạm vi từ 75 đến 100 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%.

Phương án polyme polyamit thứ mười hai là polyme polyamit theo phương án bất kỳ trong số các phương án polyme polyamit ở trên, trong đó độ nhớt tương đối nằm trong phạm vi từ 80 đến 97,5 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%.

Phương án polyme polyamit thứ mười ba là polyme polyamit theo phương án bất kỳ trong số các phương án polyme polyamit ở trên, trong đó độ nhớt tương đối chính xác có độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối thấp hơn 1,0.

Phương án polyme polyamit thứ mười bốn là polyme polyamit theo phương án bất kỳ trong số các phương án polyme polyamit ở trên, trong đó độ nhớt tương đối chính xác có độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối thấp hơn 0,9.

Phương án polyme polyamit thứ mười lăm là polyme polyamit theo phương án bất kỳ trong số các phương án polyme polyamit ở trên, trong đó độ nhớt tương đối chính xác có độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,25.

Phương án polyme polyamit thứ mười sáu là polyme polyamit theo phương án bất kỳ trong số các phương án polyme polyamit từ thứ nhất đến thứ năm và từ thứ tám đến thứ mười lăm, trong đó polyme là polyme nylon 6,6 được chế tạo thành sợi đa tơ có các đặc tính sau đây: độ bền kéo lớn hơn 9,0 g/d (7,945 cN/dtex); độ giãn dài lớn hơn 18%, và tỷ lệ tơ bị đứt là thấp hơn 2 trên mỗi kiện tơ nặng 20 pao (9,072 kg).

Phương án polyme polyamit thứ mười bảy là polyme polyamit theo phương án polyme polyamit thứ mười sáu, được sản xuất thành sợi đa tơ có các đặc tính sau: độ bền kéo lớn hơn 9,0 g/d (7,945 cN/dtex); độ giãn dài lớn hơn 18%, và tỷ lệ tơ bị đứt thấp hơn 1 hoặc thấp hơn 0,5 trên mỗi kiện tơ nặng 20 pao (9,072 kg).

Phương án polyme polyamit thứ mười tám là sợi đa tơ nylon 6,6 theo phương án polyme polyamit thứ mười sáu hoặc mười bảy, trong đó sợi được kết hợp thành một trong số các sản phẩm sau: lớp, túi khí, đai an toàn và các loại vải công nghiệp.

Phương án polyme polyamit thứ mười chín là polyme polyamit theo theo phương án bất kỳ trong số các phương án polyme polyamit từ thứ nhất đến thứ năm và từ thứ tám đến mười tám, trong đó polyamit còn là polyme nylon 6,6 có thông số hàm lượng gel thấp hơn 40 ppm khi được xác định bằng nồng độ phần triệu của hạt không tan lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C.

Phương án polyme polyamit thứ hai mươi là polyme polyamit theo phương án polyme polyamit thứ mười chín, trong đó polyme nylon 6,6 còn thể hiện thông số hàm lượng gel thấp hơn 25 ppm khi được xác định bằng nồng độ phần triệu của hạt không tan lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C.

Phương án polyme polyamit thứ hai một là polyme polyamit theo phương án polyme polyamit thứ mười chín, trong đó polyme nylon 6,6 còn thể hiện thông số hàm lượng gel là từ 1 ppm đến thấp hơn 10 ppm khi được xác định bằng nồng độ phần triệu

của hạt không tan lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C.

Phương án polyme polyamit thứ hai mươi hai là polyme polyamit theo phương án polyme polyamit thứ mười chín, trong đó polyme nylon 6,6 còn thể hiện thông số hàm lượng gel thấp hơn 10 ppm khi được xác định bằng nồng độ phần triệu của hạt không tan lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C.

Phương án polyme polyamit thứ hai mươi ba là polyme polyamit theo phương án bất kỳ trong số các phương án polyme polyamit thứ nhất đến thứ năm và thứ tám đến hai mươi hai, trong đó polyamit là polyme nylon 6,6 biểu hiện mức khuyết tật quang học trung bình không lớn hơn 1.000 phần triệu (ppm).

Phương án polyme polyamit thứ hai mươi tư là polyme polyamit theo phương án polyme polyamit thứ hai mươi ba, trong đó polyme nylon 6,6 còn biểu hiện mức khuyết tật quang học trung bình không lớn hơn 500 phần triệu (ppm).

Các khía cạnh khác của sáng chế đề xuất các quy trình sản xuất các polyamit có trọng lượng phân tử cao có đặc tính bất kỳ trong số các đặc tính của các phương án polyme polyamit từ thứ nhất đến hai mươi tư được lưu ý ở trên.

Được đề xuất ở phương án quy trình thứ nhất của sáng chế là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp bao gồm:

(a) điều chế polyme polyamit nóng chảy thứ nhất bao gồm polyme polyamit thứ nhất với độ nhớt tương đối thứ nhất;

(b) cấp polyme polyamit nóng chảy thứ nhất vào máy đun hai trục vít;

(c) xử lý nóng chảy polyme polyamit nóng chảy thứ nhất dưới điều kiện chân không trong máy đun hai trục vít để loại bỏ hơi nước và các thành phần dễ bay hơi khác ra khỏi vật liệu, nhờ đó làm tăng trọng lượng phân tử của dịch nóng chảy polyme để điều chế polyme polyamit nóng chảy thứ hai bao gồm polyme polyamit thứ hai với độ nhớt tương đối thứ hai,

polyme polyamit thứ hai khác biệt ở chỗ, hoặc (i) độ nhớt tương đối chính xác lớn hơn 50 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90% với độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối thấp hơn hoặc bằng 1,25; hoặc (ii) thông số hàm lượng gel thấp hơn 50 ppm

khi được xác định bằng nồng độ phần triệu của các hạt không tan lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C và mức khuyết tật quang học trung bình thấp hơn 2000 ppm khi được đo bằng cách quét quang học ở độ phân giải 50 μm ;

(d) tùy chọn cấp polyime polyamit nóng chảy thứ hai vào bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng và xử lý nóng chảy polyime polyamit nóng chảy thứ hai trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng để tạo ra polyime polyamit nóng chảy thứ ba bao gồm polyime polyamit thứ ba với độ nhớt tương đối thứ ba cao hơn độ nhớt tương đối thứ hai của polyime polyamit thứ hai,

polyime polyamit thứ ba khác biệt ở chỗ, hoặc (i) độ nhớt tương đối chính xác lớn hơn 50 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90% với độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối thấp hơn hoặc bằng 1,25; hoặc (ii) thông số hàm lượng gel thấp hơn 50 ppm khi được xác định bằng nồng độ phần triệu của các hạt không tan lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C và mức khuyết tật quang học trung bình thấp hơn 2000 ppm khi được đo bằng cách quét quang học ở độ phân giải 50 μm ; và

(e) thu hồi sản phẩm polyime polyamit khác biệt ở chỗ, hoặc (i) độ nhớt tương đối chính xác lớn hơn 50 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90% với độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối thấp hơn hoặc bằng 1,25; hoặc (ii) thông số hàm lượng gel thấp hơn 50 ppm khi được xác định bằng nồng độ phần triệu của hạt không tan lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C và mức khuyết tật quang học trung bình thấp hơn 2000 ppm khi được đo bằng cách quét quang học ở độ phân giải 50 μm .

Phương án quy trình thứ hai là phương pháp sản xuất polyime polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo phương án quy trình thứ nhất, trong đó polyime polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đùn hai trục vít ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 280°C đến 350°C.

Phương án quy trình thứ ba là phương pháp sản xuất polyime polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo phương án quy trình thứ nhất, trong đó polyime polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đùn hai trục vít ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 285°C đến 305°C.

Phương án quy trình thứ tư là phương pháp sản xuất polyime polyamit có trọng

lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo phương án bất kỳ trong số các phương án quy trình ở trên, trong đó polyme polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đun hai trục vít dưới điều kiện chân không trong phạm vi từ độ chân không 600 mm Hg đến độ chân không 725 mm Hg.

Phương án quy trình thứ năm là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo phương án bất kỳ trong số các phương án quy trình ở trên, trong đó polyme polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đun hai trục vít dưới điều kiện chân không trong phạm vi từ độ chân không 650 mm Hg đến độ chân không 725 mm Hg.

Phương án quy trình thứ sáu là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo phương án bất kỳ trong số các phương án quy trình ở trên, trong đó polyme polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đun hai trục vít với thời gian lưu trong máy đun là thấp hơn 60 giây.

Phương án quy trình thứ bảy là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo phương án bất kỳ trong số các phương án quy trình ở trên, trong đó polyme polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đun hai trục vít với thời gian lưu trong máy đun là thấp hơn 30 giây.

Phương án quy trình thứ 8 là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo phương án bất kỳ trong số các phương án quy trình ở trên, trong đó polyme polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đun hai trục vít với thời gian lưu trong máy đun là thấp hơn 20 giây.

Phương án quy trình thứ chín là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo phương án bất kỳ trong số các phương án quy trình ở trên, trong đó polyme polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đun hai trục vít với thời gian lưu trong máy đun từ 10 giây đến 60 giây.

Phương án quy trình thứ mười là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo phương

án bất kỳ trong số các phương án quy trình ở trên, còn bao gồm cấp polyme polyamit nóng chảy thứ hai vào bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng và xử lý nóng chảy polyme polyamit nóng chảy thứ hai trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng để tạo ra polyme polyamit nóng chảy thứ ba bao gồm polyme polyamit thứ ba với độ nhớt tương đối thứ ba cao hơn độ nhớt tương đối thứ hai của polyme polyamit thứ hai, polyme polyamit thứ ba khác biệt ở chỗ, hoặc (i) độ nhớt tương đối chính xác lớn hơn 50 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90% với độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối thấp hơn hoặc bằng 1,25; hoặc (ii) thông số hàm lượng gel thấp hơn 50 ppm khi được xác định bằng nồng độ phần triệu của hạt không tan lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C và mức khuyết tật quang học trung bình thấp hơn 2000 ppm khi được đo bằng cách quét quang học ở độ phân giải 50 μm .

Phương án quy trình thứ mười một là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo phương án quy trình thứ mười, trong đó polyme polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 280°C đến 350°C.

Phương án quy trình thứ mười hai là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo phương án quy trình thứ mười, trong đó polyme polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 285°C đến 305°C.

Phương án quy trình thứ mười ba là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo các phương án quy trình thứ mười, mười một hoặc mười hai, trong đó polyme polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng với thời gian lưu trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng là từ 30 giây đến 5 phút.

Phương án quy trình thứ mười bốn là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo các phương án quy trình mười, mười một, mười hai hoặc mười ba, trong đó polyme polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng với thời gian lưu trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng ít nhất là 1 phút.

Phương án quy trình thứ mười lăm là phương pháp sản xuất polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao với độ nhớt tương đối chính xác và hàm lượng gel thấp theo các phương án quy trình mười, mười một, mười hai, mười ba hoặc mười bốn, trong đó polyme polyamit nóng chảy được xử lý nóng chảy trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng với thời gian lưu trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng là từ 1,5 đến 3 phút.

Sản phẩm polyme polyamit được thu hồi từ quy trình bất kỳ trong số các phương án quy trình từ thứ nhất đến mười năm có thể có đặc điểm bất kỳ hoặc tất cả các đặc điểm và sự kết hợp được mô tả ở trên liên quan đến các phương án polyme polyamit từ thứ nhất đến hai mươi tư.

Mặc dù sáng chế đã được mô tả chi tiết, các sửa đổi trong phạm vi và nguyên lý kỹ thuật của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình trong cùng lĩnh vực kỹ thuật. Các sửa đổi này cũng được xem xét là một phần của sáng chế. Khi xem xét đến phần thảo luận ở trên, các kiến thức liên quan trong lĩnh vực kỹ thuật tương ứng và các tài liệu tham khảo được đề cập ở trên khi mô tả tình trạng kỹ thuật của sáng chế và mô tả chi tiết sáng chế, các nội dung bộc lộ như vậy được kết hợp toàn bộ ở đây để tham khảo, và sự mô tả thêm được xem là không cần thiết. Đồng thời, cần hiểu rõ từ phần mô tả nêu trên là các khía cạnh của sáng chế và các phần của các phương án khác nhau có thể được kết hợp hoặc thay thế cho nhau toàn bộ hoặc một phần. Hơn nữa, những người có hiểu biết trung bình trong cùng lĩnh vực kỹ thuật sẽ đánh giá rằng phần mô tả ở trên chỉ nhằm mục đích minh họa, và không được dự định để giới hạn sáng chế.

Chỉ dẫn tham chiếu

Đơn sáng chế này là đơn vào pha quốc gia của đơn PCT/US2016/063916 nộp ngày 29 tháng 11 năm 2016 hưởng quyền ưu tiên đối với đơn xin cấp patent tạm thời của Hoa Kỳ số 62/261,392 được nộp ngày 01 tháng 12 năm 2015 có tên polyme polyamit có trọng lượng phân tử cao, và các phương pháp sản xuất polyme này. Các đơn ưu tiên này được kết hợp bằng cách tham chiếu toàn bộ.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Polyme polyamit nylon 6,6 có trọng lượng phân tử cao, trong đó polyme nylon 6,6 khác biệt ở chỗ độ nhớt tương đối (Relative Viscosity: RV) chính xác lớn hơn 60 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%, trong đó độ nhớt tương đối chính xác có độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối thấp hơn hoặc bằng 1,25; và trong đó polyme polyamit khác biệt ở chỗ thông số hàm lượng gel thấp hơn 50 ppm (phần triệu) khi được xác định bằng nồng độ phần triệu của các hạt không tan kích thước lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ 25°C.
2. Polyme polyamit nylon 6,6 theo điểm 1, trong đó polyme nylon 6,6 có độ nhớt tương đối chính xác lớn hơn 70 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%.
3. Polyme polyamit nylon 6,6 theo điểm 1, trong đó polyme nylon 6,6 có độ nhớt tương đối chính xác lớn hơn 80 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%.
4. Polyme polyamit nylon 6,6 theo điểm 1, trong đó polyme nylon 6,6 có độ nhớt tương đối chính xác lớn hơn 80 và lên đến 97,5 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%.
5. Polyme polyamit nylon 6,6 theo điểm 1, trong đó độ nhớt tương đối nằm trong phạm vi từ lớn hơn 60 đến 200 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%.
6. Polyme polyamit nylon 6,6 theo điểm 1, trong đó độ nhớt tương đối nằm trong phạm vi từ 75 đến 100 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%.
7. Polyme polyamit nylon 6,6 theo điểm 1, trong đó độ nhớt tương đối chính xác có độ lệch chuẩn độ nhớt tương đối thấp hơn 1,0.
8. Polyme polyamit nylon 6,6 theo điểm 1, trong đó polyme polyamit khác biệt ở chỗ:
mức khuyết tật quang học trung bình thấp hơn 2000 phần triệu (ppm) khi được đo bằng cách quét quang học các viên polyme.
9. Polyme polyamit nylon 6,6 theo điểm 8, trong đó độ nhớt tương đối nằm trong phạm vi từ 75 đến 100 khi được đo trong dung dịch axit formic nồng độ 90%.
10. Polyme polyamit nylon 6,6 theo điểm 9, trong đó polyme nylon 6,6 còn thể hiện thông số hàm lượng gel thấp hơn 40 ppm khi được xác định bằng nồng độ phần triệu của hạt không tan lớn hơn 10 μm trong dung dịch axit formic nồng độ 90% ở nhiệt độ

25°C.

11. Phương pháp sản xuất polyme polyamit nylon 6,6 có trọng lượng phân tử cao theo điểm 1, trong đó phương pháp này bao gồm:

(a) điều chế polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy thứ nhất bao gồm polyme polyamit nylon 6,6 thứ nhất với độ nhớt tương đối thứ nhất;

(b) cấp polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy thứ nhất vào máy đun hai trục vít;

(c) xử lý nóng chảy polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy thứ nhất dưới điều kiện chân không trong máy đun hai trục vít không có hơi nước bổ sung để loại bỏ hơi nước và các thành phần dễ bay hơi khác ra khỏi polyme polyamit nóng chảy, nhờ đó làm tăng trọng lượng phân tử của polyme polyamit nóng chảy để tạo ra polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy thứ hai bao gồm polyme polyamit nylon 6,6 thứ hai với độ nhớt tương đối thứ hai,

(d) tùy chọn cấp polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy thứ hai vào bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng và xử lý nóng chảy polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy thứ hai trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng để tạo ra polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy thứ ba bao gồm polyme polyamit nylon 6,6 thứ ba với độ nhớt tương đối thứ ba cao hơn độ nhớt tương đối thứ hai của polyme polyamit nylon 6,6 thứ hai,

(e) thu hồi sản phẩm polyme polyamit nylon 6,6 theo điểm 1.

12. Phương pháp theo điểm 11, trong đó polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đun hai trục vít ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 280°C đến 350°C.

13. Phương pháp theo điểm 11, trong đó polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đun hai trục vít dưới điều kiện chân không trong phạm vi từ độ chân không 600 mm Hg đến độ chân không 725 mm Hg.

14. Phương pháp theo điểm 11, trong đó polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đun hai trục vít với thời gian lưu trong máy đun thấp hơn 30 giây.

15. Phương pháp theo điểm 11, trong đó polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đun hai trục vít với thời gian lưu trong máy đun thấp hơn 20 giây.

16. Phương pháp theo điểm 11, trong đó polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy được xử lý nóng chảy trong máy đùn hai trục vít với thời gian lưu trong máy đùn từ 10 giây đến nhỏ hơn 30 giây.

17. Phương pháp theo điểm 11, trong đó phương pháp bao gồm cấp polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy thứ hai vào bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng và xử lý nóng chảy polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy thứ hai trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng để tạo ra polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy thứ ba bao gồm polyme polyamit nylon 6,6 thứ ba với độ nhớt tương đối thứ ba cao hơn độ nhớt tương đối thứ hai của polyme polyamit nylon 6,6 thứ hai.

18. Phương pháp theo điểm 17, trong đó polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy được xử lý nóng chảy trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 280°C đến 350°C.

19. Phương pháp theo điểm 17, trong đó polyme polyamit nylon 6,6 nóng chảy được xử lý nóng chảy trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng với thời gian lưu trong bình ngưng lưu hỗn hợp phản ứng ít nhất là 1 phút.

FIG. 1

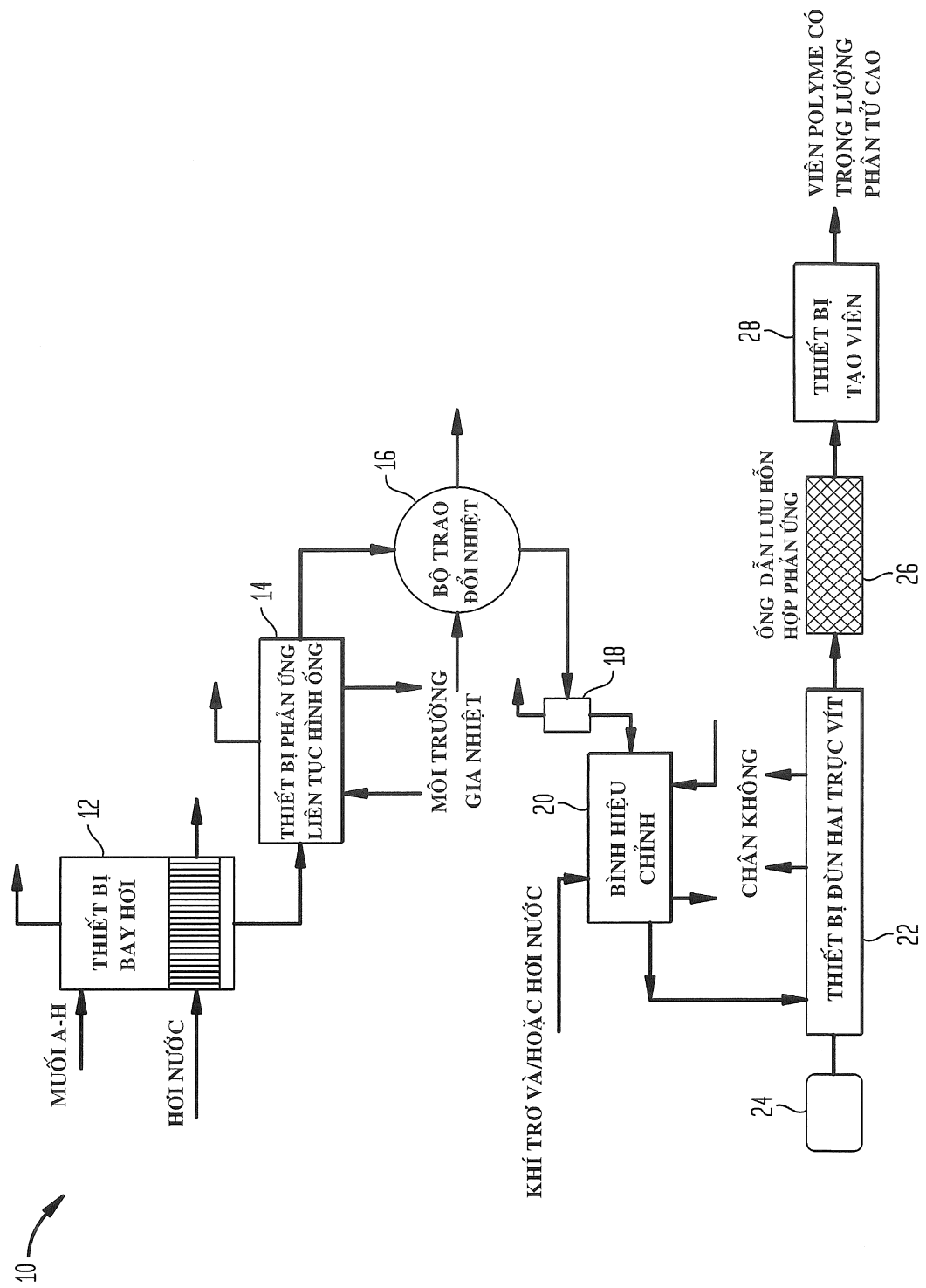


FIG. 2

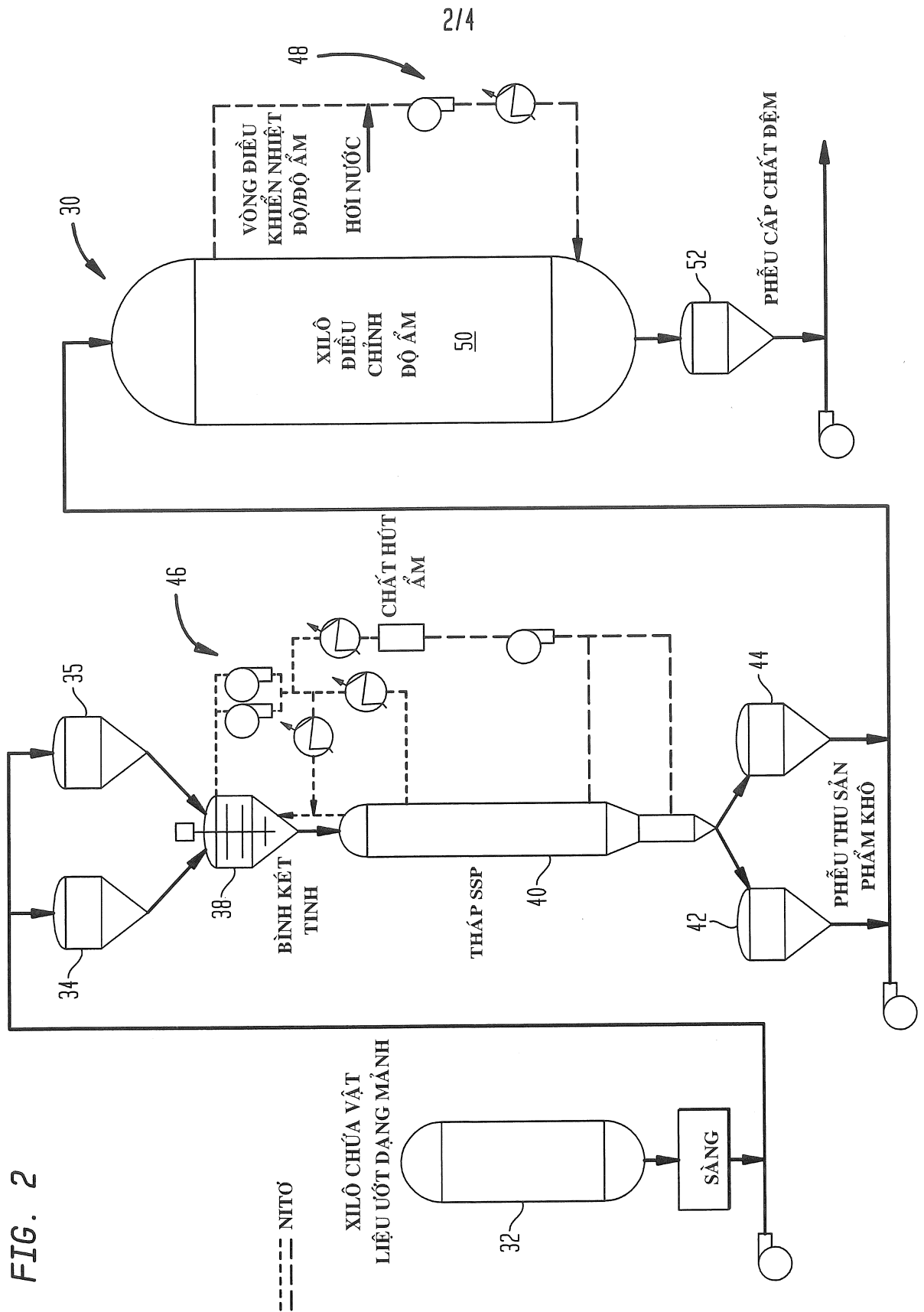


FIG. 3A

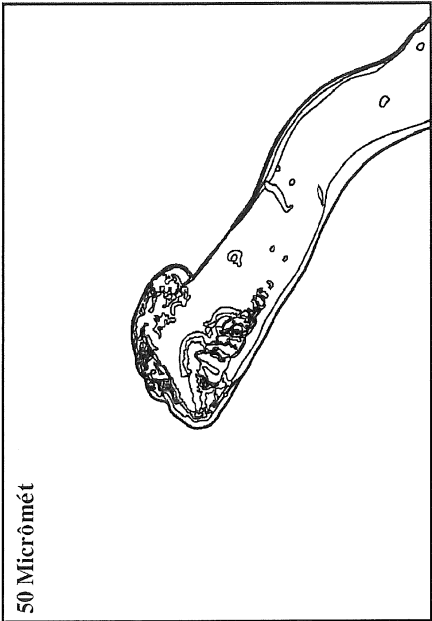


FIG. 3C

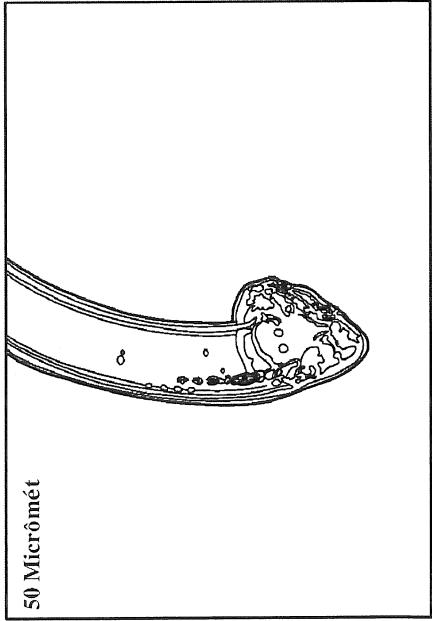


FIG. 3B

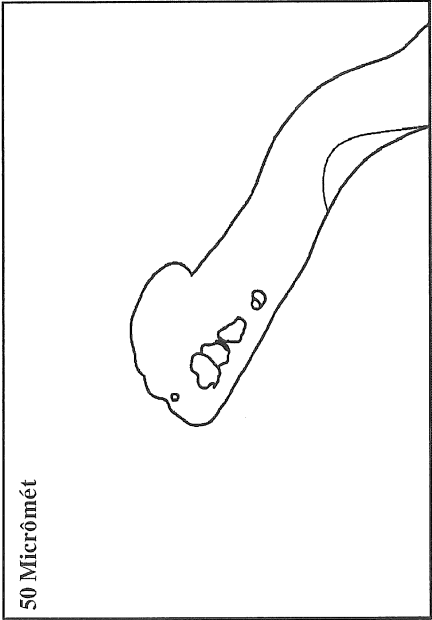
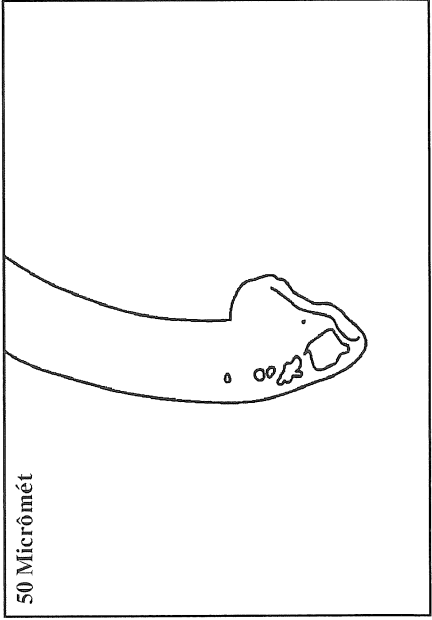


FIG. 3D



4/4

FIG. 4

QUY TRÌNH ĐÙN POLYME TRONG CHÂN KHÔNG
CÓ XẢY RA PHẢN ỨNG

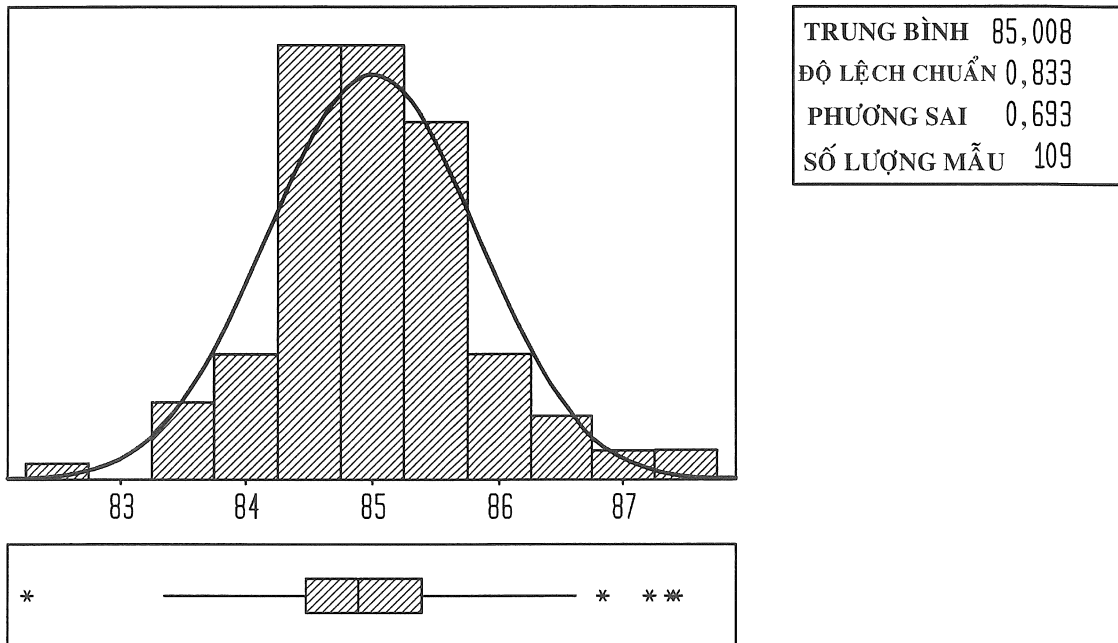


FIG. 5

QUY TRÌNH SSP

