



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) 
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
1-0042230
(51)^{2019.01} C09J 5/00; C11D 7/50; C09D 9/00; (13) B
C09J 175/04

(21) 1-2020-00913 (22) 19/06/2018
(86) PCT/JP2018/023233 19/06/2018 (87) WO 2019/017133 24/01/2019
(30) 2017-140842 20/07/2017 JP
(45) 27/01/2025 442 (43) 25/05/2020 386
(73) DIC CORPORATION (JP)
35-58, Sakashita 3-chome, Itabashi-ku, Tokyo 1748520, Japan
(72) SAITOU Yukie (JP); NINOMIYA Atsushi (JP); FUJIWARA Toyokuni (JP).
(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) CHẤT LÀM BONG TRÓC NHỰA NÓNG CHẢY PHẢN ỨNG

(21) 1-2020-00913

(57) Sáng chế đề cập đến chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng có các thông số độ tan Hansen sau: thông số phân tán (δD) nằm trong khoảng từ 14,0 đến 21,0 MPa^{0,5}; thông số lực lưỡng cực-lưỡng cực (δP) nằm trong khoảng từ 0 đến 10,5 MPa^{0,5}; và thông số liên kết hydro (δH) nằm trong khoảng từ 0 đến 13,5 MPa^{0,5}. Keo dùng cho nhựa nóng chảy phản ứng tốt hơn là bao gồm một hoặc nhiều dung môi được chọn từ nhóm bao gồm các este của axit benzoic, rượu tetrahydrofurfurylic, và tetrahydrofurfuryl (met)acrylat. Nhựa nóng chảy phản ứng tốt hơn là chứa chất tiền trùng hợp uretan chứa nhóm isoxyanat. Chất tiền trùng hợp uretan tốt hơn là có hàm lượng liên kết uretan nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3 mol/kg.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các chất làm bong tróc được sử dụng cho nhựa nóng chảy phản ứng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các keo làm bằng nhựa nóng chảy phản ứng không chứa dung môi và do đó được coi là keo thân thiện với môi trường. Các keo này đã được sử dụng trong nhiều nghiên cứu chủ yếu về sự liên kết sợi và tạo tấm đa lớp vật liệu xây dựng và cũng đã được sử dụng rộng rãi trong các lĩnh vực công nghiệp.

Ngoài ra, do nhu cầu ngày càng tăng về việc làm giảm trọng lượng và làm mỏng các linh kiện quang học, các nỗ lực đã được thực hiện trong những năm gần đây nhằm thay thế keo nhạy áp acrylic chủ đạo bằng keo nóng chảy để gắn các linh kiện quang học.

Theo một ví dụ về keo như vậy, keo được bộc lộ bao gồm chế phẩm keo nóng chảy chịu nhiệt ẩm chứa (a) 100 phần trọng lượng nhựa polyuretan có nhiệt độ bắt đầu chảy ít nhất 55°C nhưng không lớn hơn 110°C, (b) 5 đến 150 phần trọng lượng nhựa polyeste no có Tg ít nhất 0°C nhưng không lớn hơn 110°C và phân tử lượng nằm trong khoảng từ 10000 đến 25000, (c) 10 đến 150 phần trọng lượng nhựa epoxy có điểm hóa mềm ít nhất 60°C nhưng không lớn hơn 140°C và phân tử lượng nằm trong khoảng từ 700 đến 3000, và (d) 10 đến 200 phần trọng lượng chất độn vô cơ được xử lý bề mặt bằng chất liên hợp (chất kết hợp) (ví dụ, xem Tài liệu sáng chế 1).

Các keo như vậy có hiệu quả vượt trội về độ dính do các tấm đa lớp tạo ra

bằng cách sử dụng chúng có lực dính bám mạnh. Mặt khác, chúng có nhược điểm ở chỗ chúng không thể được làm bong tróc và do đó lớp nền gắn vào không thể được gia công lại. Cụ thể trong những ngày này khi nhựa nóng chảy phản ứng thường được sử dụng để gắn các linh kiện quang học, do mặt dán (lớp nền) được sử dụng thường là đất đỏ như phân hiên thị hoặc vỏ của tấm tinh thể lỏng hoặc các linh kiện khác, rất cần cải thiện khả năng gia công lại của lớp nền bằng cách làm bong tróc các keo này.

Tài liệu viện dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 2003-27030 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng có độ bong tróc vượt trội giữa nhựa nóng chảy phản ứng và mặt dán.

Sáng chế đề xuất chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng, có các thông số độ tan Hansen sau: thông số phân tán (δD) nằm trong khoảng từ 14,0 đến 21,0 MPa^{0,5}; thông số phân cực (δP) nằm trong khoảng từ 0 đến 10,5 MPa^{0,5}; và thông số liên kết hydro (δH) nằm trong khoảng từ 0 đến 13,5 MPa^{0,5}.

Hiệu quả của sáng chế

Chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng theo sáng chế có độ bong tróc vượt trội giữa lớp keo tạo ra từ nhựa nóng chảy phản ứng và mặt dán. Ngoài ra, do nó có thể tách lớp nền đã được liên kết bởi lớp keo, chất làm bong tróc cũng vượt trội về khả năng gia công lại lớp nền.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng theo sáng chế về cơ bản có các thông số độ tan Hansen sau: thông số phân tán (δD) nằm trong khoảng từ 14,0 đến

21,0 MPa^{0,5}; thông số phân cực (δP) nằm trong khoảng từ 0 đến 10,5 MPa^{0,5}; và thông số liên kết hydro (δH) nằm trong khoảng từ 0 đến 13,5 MPa^{0,5}. Nhựa nóng chảy phản ứng được làm bong tróc khác biệt ở chỗ nó ở trạng thái rắn ở nhiệt độ thường và có thể được làm nóng chảy bằng cách gia nhiệt. Thông số độ tan Hansen để phân tán nhựa thường là như sau: thông số phân tán (δD) nằm trong khoảng từ 14,0 đến 21,0 MPa^{0,5}, thông số phân cực (δP) nằm trong khoảng từ 0 đến 10,5 MPa^{0,5}, và thông số liên kết hydro (δH) nằm trong khoảng từ 0 đến 13,5 MPa^{0,5}. Do đó, chất làm bong tróc có thông số phân tán (δD) nằm trong khoảng từ 14,0 đến 21,0 MPa^{0,5}, thông số phân cực (δP) nằm trong khoảng từ 0 đến 10,5 MPa^{0,5}, và thông số liên kết hydro (δH) nằm trong khoảng từ 0 đến 13,5 MPa^{0,5} thể hiện ái lực tốt với nhựa nóng chảy phản ứng, tạo ra độ trương nở và độ tan vừa phải và do đó độ bong tróc vượt trội. Chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng theo sáng chế cho phép dễ dàng làm bong tróc giữa nhựa nóng chảy phản ứng và lớp nền, thậm chí không cần bước xử lý như gia nhiệt, và không gây hòa tan hoặc ăn mòn lớp nền. Do đó, ví dụ, nó mang lại khả năng gia công lại lớp nền vượt trội.

Thông số độ tan Hansen được xác định bằng cách chia thông số độ tan do Hildebrand giới thiệu thành ba thành phần: thông số phân tán (δD), thông số phân cực (δP), và thông số liên kết hydro (δH), và vẽ chúng trong không gian ba chiều. Thông số phân tán (δD), thông số phân cực (δP), và thông số liên kết hydro (δH) lần lượt chỉ ra tác dụng của các lực phân tán, tác dụng của các lực lưỡng cực-lưỡng cực, và tác dụng của các lực liên kết hydro.

Việc định nghĩa và tính thông số độ tan Hansen được mô tả trong Charles M. Hansen, "Hansen Solubility Parameters; A Users Handbook (CRC Press, 2007)". Ngay cả đối với các dung môi hữu cơ mà các giá trị thông số của chúng không được nêu trong tài liệu này, phần mềm máy tính "Hansen Solubility Parameters in Practice (HSPiP)" có thể được sử dụng để ước lượng các thông số độ tan Hansen của chúng từ

cấu trúc hóa học của chúng. Theo sáng chế, đối với các dung môi mà các giá trị thông số của chúng được nêu trong tài liệu này, các giá trị này được sử dụng theo cách thông thường, trong khi đối với các dung môi hữu cơ mà các giá trị thông số của chúng không được nêu trong tài liệu này, các giá trị thông số ước lượng được bằng phần mềm HSPiP phiên bản 4.1.06 được sử dụng.

Chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng theo sáng chế có thể bao gồm một dung môi hoặc hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều dung môi hơn. Khi hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều dung môi hơn được sử dụng, các dung môi có thể được kết hợp để cho trung bình theo trọng lượng của mỗi một trong ba thông số độ tan Hansen của mỗi dung môi nằm trong giới hạn tương ứng trên đây.

Trong thông số độ tan Hansen, thông số phân tán (δD) tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 16,5 đến 19,0 MPa^{0,5} nhằm góp phần tạo tính tương thích dẫn đến độ bong tróc tốt hơn nhiều. Ngoài ra, thông số phân cực (δP) tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4,5 đến 9,0 MPa^{0,5} nhằm góp phần tạo khả năng thấm ướt dẫn đến độ bong tróc tốt hơn nhiều. Hơn thế nữa, thông số liên kết hydro (δH) tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 13,0 MPa^{0,5} nhằm góp phần tạo độ tan dẫn đến độ bong tróc tốt hơn nhiều.

Các ví dụ cụ thể về chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng bao gồm các este của axit benzoic như methyl benzoat (thông số phân tán (δD): 18,9, thông số phân cực (δP): 8,2, thông số liên kết hydro (δH): 4,7), ethyl benzoat (thông số phân tán (δD): 17,9, thông số phân cực (δP): 6,2, thông số liên kết hydro (δH): 6,0), butyl benzoat (thông số phân tán (δD): 18,3, thông số phân cực (δP): 5,6, thông số liên kết hydro (δH): 5,5), hexyl benzoat (thông số phân tán (δD): 17,2, thông số phân cực (δP): 4,9, thông số liên kết hydro (δH): 3,4), dietylen glycol benzoat (Thông số độ tan Hansen: thông số phân tán (δD): 17,6, thông số phân cực (δP): 9,0, thông số liên kết hydro (δH): 4,8), và dipropylen glycol benzoat (thông số phân tán (δD): 17,5, thông số phân

cực (δP): 8,0, thông số liên kết hydro (δH): 4,0); rượu tetrahydrofurfurylic (thông số phân tán (δD): 17,8, thông số phân cực (δP): 8,2, thông số liên kết hydro (δH): 12,9), tetrahydrofurfuryl acrylat (thông số phân tán (δD): 16,9, thông số phân cực (δP): 5,9, thông số liên kết hydro (δH): 6,5), và tetrahydro metacrylat (thông số phân tán (δD): 16,8, thông số phân cực (δP): 5,2, thông số liên kết hydro (δH): 5,7).

Chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng tốt hơn là bao gồm một hoặc nhiều dung môi được chọn từ nhóm bao gồm các este của axit benzoic, rượu tetrahydrofurfurylic, và tetrahydrofurfuryl (met)acrylat, trong số các dung môi nêu trên, để trở nên tương thích với phim nhựa nóng chảy phản ứng trong khi vẫn duy trì được độ bền của phim, nhờ đó cho phép làm bong tróc dễ hơn nhiều.

Nhựa nóng chảy phản ứng được sử dụng có thể là, ví dụ, nhựa polyeste, nhựa olefin cải biến, hoặc nhựa nóng chảy hóa rắn bằng hơi ẩm mà chứa chất tiền trùng hợp (tiền polyme) uretan chứa nhóm isoxyanat. Chất làm bong tróc theo sáng chế tạo ra độ bong tróc tốt với các nhựa nóng chảy phản ứng này.

Các ví dụ về chất tiền trùng hợp uretan chứa nhóm isoxyanat được sử dụng trong nhựa nóng chảy hóa rắn bằng hơi ẩm bao gồm các chất tiền trùng hợp được điều chế bằng cách cho polyol và polyisoxyanat phản ứng với nhau. Các chất tiền trùng hợp như vậy có thể tiếp tục được phản ứng với hợp chất chứa nhóm (met)acryloyl tạo ra khả năng hóa rắn bằng chùm tia năng lượng hữu công.

Các ví dụ về polyol bao gồm polyete polyol, polyeste polyol, acrylic polyol, polycacbonat polyol, polybutadien polyol, và dime diol.

Để thu được độ dính và độ bền cơ học tốt, polyol tốt hơn là có phân tử lượng trung bình theo số lượng (phân tử lượng trung bình số) nằm trong khoảng từ 500 đến 50.000, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 700 đến 10.000. Phân tử lượng trung bình số của polyete polyol chỉ giá trị xác định được bằng sắc ký lọc gel (GPC).

Các ví dụ về polyisoxyanat bao gồm polyisoxyanat thơm như polymetylen polyphenyl polyisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat, diphenylmetan diisoxyanat được cải biến bằng carbodiimit, phenylen diisoxyanat, tolylen diisoxyanat, và naphtalen diisoxyanat, và polyisoxyanat béo hoặc vòng béo như hexametylen diisoxyanat, lysin diisoxyanat, xyclohexan diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, dixyclohexylmetan diisoxyanat, xylylen diisoxyanat, và tetrametylxylylen diisoxyanat. Xét về khả năng phản ứng và độ dính, diphenylmetan diisoxyanat là đặc biệt được ưu tiên trong số các hợp chất này.

Chất tiền trùng hợp uretan có thể thu được bằng cách cho polyol và polyisoxyanat phản ứng với nhau và chứa, ở đầu polyme hoặc bên trong phân tử, nhóm isoxyanat mà có thể phản ứng với hơi ẩm có mặt trong không khí, hoặc trong vỏ hoặc mặt dán được phủ chất tiền trùng hợp uretan, tạo ra cấu trúc liên kết ngang.

Chất tiền trùng hợp uretan có thể được sản xuất bằng, ví dụ, phương pháp trong đó hỗn hợp gồm các polyol được thêm bằng cách nhỏ giọt vào bình phản ứng chứa polyisoxyanat, và tiếp theo chúng được gia nhiệt và được phản ứng trong các điều kiện trong đó các nhóm isoxyanat của polyisoxyanat là vượt quá các nhóm hydroxy của polyol.

Trong sản xuất chất tiền trùng hợp uretan, tỷ lệ đương lượng của các nhóm isoxyanat của polyisoxyanat so với các nhóm hydroxy của polyol (nhóm isoxyanat/nhóm hydroxy) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,1 đến 5 xét về độ dính và độ bền cơ học, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 3.

Trong sản xuất chất tiền trùng hợp uretan, chất xúc tác tạo uretan có thể được sử dụng, nếu cần. Chất xúc tác tạo uretan có thể được thêm vào ở giai đoạn bất kỳ của phản ứng nếu thích hợp.

Các ví dụ về chất xúc tác tạo uretan bao gồm các hợp chất chứa nitơ như trietylamin, trietylendiamin, và N-metylmorpholin; các muối kim loại như kali axetat,

kẽm stearat, và kẽm octylat; và các hợp chất cơ-kim như dibutyltin dilaurat.

Để thu được ái lực tốt với chất làm bong tróc theo sáng chế và để đạt được độ dính và độ bong tróc tốt hơn nhiều, chất tiền trùng hợp uretan sản xuất được như trên đây tốt hơn là có hàm lượng liên kết uretan nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3 mol/kg, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2 mol/kg. Hàm lượng liên kết uretan của chất tiền trùng hợp uretan chỉ giá trị tính được từ lượng vật liệu tiền trùng hợp uretan được sử dụng.

Để đạt được độ dính và độ bong tróc tốt hơn nhiều, chất tiền trùng hợp uretan tốt hơn là có hàm lượng nhóm isoxyanat (sau đây, viết tắt là "NCO%") nằm trong khoảng từ 1,5 đến 8% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,7 đến 5% khối lượng, cụ thể tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,8 đến 3% khối lượng. NCO% của chất tiền trùng hợp uretan chỉ giá trị xác định được bằng cách chuẩn độ bằng điện thế kế theo JIS K1603-1:2007.

Đối với độ nhớt của chất tiền trùng hợp uretan, độ nhớt nóng chảy ở 110°C tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1.000 đến 50.000 mPa·s, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2.000 đến 10.000 mPa·s. Độ nhớt nóng chảy ở 110°C chỉ giá trị xác định được bằng nhớt kế côn và đĩa ICI.

Các ví dụ về hợp chất chứa nhóm (met)acryloyl mà có thể được phản ứng tạo ra khả năng hóa rắn bằng chùm tia năng lượng hữu công với chất tiền trùng hợp uretan bao gồm nhóm hydroxy-chứa alkyl (met)acrylat như 2-hydroxyetyl (met)acrylat, 2-hydroxypropyl (met)acrylat, 3-hydroxypropyl acrylat, 3-hydroxybutyl (met)acrylat, 4-hydroxybutyl (met)acrylat, 6-hydroxyhexyl acrylat, và hydroxyetyl acrylamit; (met)acrylat đa chức chứa nhóm hydroxy như trimetylolpropan di(met)acrylat, pentaerythritol tri(met)acrylat, và dipentaerythritol penta(met)acrylat; polyetylen glycol monoacrylat và polypropylen glycol monoacrylat; và các hợp chất (met)acrylic chứa nhóm isoxyanat như 2-(met)acryloyloxyetyl isoxyanat, 2-(2-

(met)acryloyloxyetyloxy)ethyl isoxyanat, và 1,1-bis((met)acryloyloxymetyl)ethyl isoxyanat.

Nhựa nóng chảy hóa rắn bằng hơi ẩm mà chứa chất tiền trùng hợp uretan chứa nhóm isoxyanat có thể chỉ bao gồm chất tiền trùng hợp uretan, hoặc có thể chứa chất phụ gia bổ sung, nếu cần.

Các ví dụ về chất phụ gia bổ sung bao gồm chất xúc tác hóa rắn, chất chống oxy hóa, chất dính, chất dẻo hóa, chất ổn định, chất độn, thuốc nhuộm, chất màu, chất phát huỳnh quang, chất liên hợp silan (chất kết hợp silan), và sáp.

Nhựa nóng chảy phản ứng có thể được sử dụng thích hợp trong các ứng dụng như liên kết sợi, tạo tấm đa lớp vật liệu xây dựng, và gắn các linh kiện quang học.

Các ví dụ về các phương án trong đó nó được sử dụng để gắn các linh kiện quang học bao gồm chất gắn kín dùng cho điện thoại di động, máy tính cá nhân, bảng điều khiển hoặc máy trò chơi, ti-vi, hệ thống tự dẫn đường, camera loa, và gương điện của công cụ đánh cá.

Sự liên kết có thể được thực hiện, ví dụ, bằng phương pháp trong đó nhựa nóng chảy phản ứng được làm nóng chảy bằng cách gia nhiệt trong giới hạn nhiệt độ 50 đến 130°C, chế phẩm được đặt lên một lớp nền, và tiếp theo lớp nền khác được gắn với lớp nhựa tạo ra tấm đa lớp.

Các ví dụ về lớp nền như vậy bao gồm tấm thủy tinh, tấm kim loại như thép không gỉ (SUS), magie, và nhôm, và các lớp nền tạo ra từ nhựa xycloolefin như norbornen, nhựa acrylic, nhựa uretan, nhựa silicon, nhựa epoxy, nhựa flo, nhựa polystyren, nhựa polyeste, nhựa polysulfon, nhựa polyarylat, nhựa polyvinyl clorua, polyvinyliden clorua, nhựa polyolefin, nhựa polyimit, nhựa polyimit vòng béo, nhựa polyamit, nhựa xenluloza, polycacbonat (PC), polybutylen terephthalat (PBT), polyphenylen ete (PPE cải biến), polyetylen naphtalat (PEN), polyetylen terephthalat

(PET), polyme của axit lactic, copolyme acrylonitril-butadien-styren (ABS), và copolyme acrylonitril-styren (AS). Lớp nền có thể trải qua bước xử lý như xử lý điện hóa, xử lý plasma, hoặc xử lý lớp lót, nếu cần.

Nhựa nóng chảy phản ứng có thể được đặt lên lớp nền bằng cách sử dụng, ví dụ, máy phủ lăn, máy phủ phun, máy phủ có khuôn chữ T, máy phủ bằng dao, hoặc máy phủ dạng comma. Nhựa nóng chảy phản ứng, mà có khả năng giữ hình dạng sau khi đặt và độ nhót thấp, có thể cũng được đặt bằng cách sử dụng, ví dụ, kỹ thuật phân phối định lượng, in phun, in lưới, hoặc in offset. Các kỹ thuật đặt này được ưu tiên do chúng cho phép nhựa nóng chảy phản ứng được đặt lên vùng của linh kiện cần đặt nhựa này, do đó ngăn ngừa thất thoát do việc đập hoặc các quá trình khác. Ngoài ra, các kỹ thuật đặt này cho phép nhựa nóng chảy phản ứng được tạo ra liên tục hoặc không liên tục trên lớp nền theo hình dạng bất kỳ như điểm, đường thẳng, tam giác, tứ giác, đường tròn, hoặc đường cong.

Độ dày của lớp sản phẩm đã hóa rắn làm bằng nhựa nóng chảy phản ứng có thể được chọn theo ứng dụng dự tính. Ví dụ, độ dày có thể tốt hơn là được chọn nằm trong khoảng từ 10 μm đến 5 mm.

Các điều kiện già hóa sau khi gắn có thể được xác định một cách thích hợp như sau: ví dụ, ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 80°C và độ ẩm tương đối nằm trong khoảng từ 50 đến 90%RH trong khoảng thời gian từ 0,5 đến 5 ngày.

Tấm đa lớp (vật liệu ghép lớp) bao gồm ít nhất hai lớp, tức là, lớp nền và lớp keo nóng chảy phản ứng liên kết với nhau một cách chắc chắn, có thể được tạo ra như được mô tả trên đây. Lớp keo nóng chảy phản ứng có thể được làm bong tróc khỏi tấm đa lớp để thu hồi lớp nền, ví dụ, bằng cách nhúng tấm đa lớp vào chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng theo sáng chế, hoặc bằng cách phủ hoặc lau sạch lớp keo nóng chảy phản ứng của tấm đa lớp với chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng theo sáng chế bằng cách sử dụng gạc bông, giấy, vải, hoặc phương tiện khác.

Như được mô tả trên đây, chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng theo sáng chế có độ bong tróc vượt trội giữa lớp keo tạo ra từ nhựa nóng chảy phản ứng và mặt dán. Ngoài ra, do nó có thể tách lớp nên đã được liên kết bởi lớp keo, chất làm bong tróc còn vượt trội về khả năng gia công lại lớp nền.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả chi tiết hơn dưới đây có tham chiếu đến các ví dụ.

(Ví dụ tổng hợp 1)

<Tổng hợp chất tiền trùng hợp uretan (1)>

Bình bốn cổ có lắp nhiệt kế, que khuấy, cửa nạp khí trơ, và ống ngưng hồi lưu được nạp 15 phần khối lượng polypropylen glycol (phân tử lượng trung bình số: 1.000), 15 phần khối lượng polypropylen glycol (phân tử lượng trung bình số: 2.000), 10 phần khối lượng polyeste polyol dạng tinh thể (sản phẩm phản ứng của 1,6-hexandiol và axit adipic, phân tử lượng trung bình số: 2.000), 10 phần khối lượng polyeste polyol dạng tinh thể (sản phẩm phản ứng của 1,6-hexandiol và axit 1,12-dodecandicarboxylic, phân tử lượng trung bình số: 3.500), 15 phần khối lượng polyeste polyol dạng vô định hình (sản phẩm phản ứng của sản phẩm cộng của bisphenol A với 6 mol propylen oxit, axit sebaxic, và axit isophtalic, phân tử lượng trung bình số: 2.000), và 2,5 phần khối lượng acrylic polyol (sản phẩm phản ứng của butyl acrylat/metyl metacrylat/etyl acrylat/2-hydroxyetyl metacrylat (= 69,65/25/5/0,35 (tỷ lệ khối lượng)), phân tử lượng trung bình số: 13.000, nhiệt độ chuyển pha thủy tinh: -30,3°C). Hỗn hợp được loại nước trong điều kiện áp suất giảm cho đến khi hàm lượng nước đạt tới 0,05% khối lượng hoặc thấp hơn.

Tiếp theo, hỗn hợp được làm lạnh đến nhiệt độ trong bình là 70°C, 16,5 phần khối lượng 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat được thêm vào, nhiệt độ được gia tăng đến 100°C, và hỗn hợp được phản ứng trong khoảng 3 giờ cho đến khi hàm lượng nhóm

isoxyanat trở nên không đổi. Nhờ đó thu được chất tiền trùng hợp uretan chứa nhóm isoxyanat (1). Chất tiền trùng hợp uretan (1) có thông số phân tán (δD) là 17,7, thông số phân cực (δP) là 5,6, và thông số liên kết hydro (δH) là 5,3. Chất tiền trùng hợp uretan (1) cũng có hàm lượng liên kết uretan là 0,90 mol/kg.

Phân tử lượng trung bình số của polyol được sử dụng trong ví dụ tổng hợp thể hiện các giá trị xác định được bằng sắc ký lọc gel (GPC) trong các điều kiện sau.

Thiết bị đo: thiết bị GPC hiệu năng cao ("HLC-8220 GPC" khả dụng từ Tosoh Corp.)

Cột: các cột sau khả dụng từ Tosoh Corp. được mắc nối tiếp

"TSKgel G5000" (7,8 mm I.D. $\times$ 30 cm) $\times$ 1

"TSKgel G4000" (7,8 mm I.D. $\times$ 30 cm) $\times$ 1

"TSKgel G3000" (7,8 mm I.D. $\times$ 30 cm) $\times$ 1

"TSKgel G2000" (7,8 mm I.D. $\times$ 30 cm) $\times$ 1

Bộ dò: RI (bộ dò chỉ số khúc xạ)

Nhiệt độ cột: 40°C

Dung môi giải hấp: tetrahydrofuran (THF)

Lưu lượng: 1,0 mL/min

Thể tích tiêm: 100 μ L (dung dịch tetrahydrofuran với nồng độ mẫu là 0,4% khối lượng)

Mẫu chuẩn: đường cong hiệu chỉnh được vẽ bằng cách sử dụng các polystyren chuẩn sau:

(Các polystyren chuẩn)

"Polystyren chuẩn TSKgel A-500" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel A-1000" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel A-2500" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel A-5000" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel F-1" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel F-2" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel F-4" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel F-10" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel F-20" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel F-40" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel F-80" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel F-128" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel F-288" khả dụng từ Tosoh Corp.

"Polystyren chuẩn TSKgel F-550" khả dụng từ Tosoh Corp.

(Sản xuất tấm đa lớp)

Chất tiền trùng hợp uretan (1) được làm nóng chảy bằng cách gia nhiệt đến 110°C và tiếp theo đặt lên phim PET (polyetylen terephthalat) (13 cm × 15 cm, độ dày: 50 μm) nhờ kim phân phối (thiết bị phân phối "VAVE MASTER ME-5000 VT" khả dụng từ Musashi Engineering, Inc.) có đường kính trong $\varnothing$ 0,4 mm được gia nhiệt đến 110°C ở áp suất xả 0,3 MPa và tốc độ xử lý 50 mm/s ở dạng đường thẳng với chiều dài cạnh 10 cm và độ dày 0,2 mm, tiếp theo để trong buồng có nhiệt độ và độ ẩm không đổi ở nhiệt độ 23°C và độ ẩm tương đối 65% trong ba ngày. Nhờ đó thu được tấm đa lớp.

(Ví dụ 1)

Chất làm bong tróc gồm có 100% khối lượng rượu tetrahydrofurfurylic được đặt lên bề mặt phim PET/lớp keo của tấm đa lớp bằng gạc bông, tiếp theo để trong không khí ở 23°C trong 5 phút. Đầu đường thẳng được làm bong tróc bằng cách sử dụng cái kẹp và tiếp theo được cố định với lực kế số kiểu thông dụng ("DS2-200N" khả dụng từ Imada Co., Ltd.) để đo độ bền bong tróc (N). Nhờ đó, thử nghiệm độ bong tróc được thực hiện. Thử nghiệm độ bong tróc cũng được thực hiện trên tấm đa lớp trước khi chất làm bong tróc được đặt lên đó.

(Các ví dụ 2 đến 5, Ví dụ so sánh 1 và 2)

Thử nghiệm độ bong tróc được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ 1, ngoại trừ ở chỗ loại chất làm bong tróc được thay đổi như được thể hiện trong các Bảng 1 và 2.

Bảng 1

Bảng 1			Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4
Chất làm bong tróc						
Rượu tetrahydrofurfurylic (% khối lượng)	Thông số phân tán (δD) ($\text{MPa}^{0,5}$)	17,8	100			
	Thông số lực lưỡng cực-lưỡng cực (δP) ($\text{MPa}^{0,5}$)	8,2				
	Thông số liên kết hydro (δH) ($\text{MPa}^{0,5}$)	12,9				
Tetrahydrofurfuryl acrylat (% khối	Thông số phân tán (δD) ($\text{MPa}^{0,5}$)	16,9		100		

lượng)	Thông số lực lưỡng cực-lưỡng cực (δP) (MPa ^{0,5})	5,9				
	Thông số liên kết hydro (δH) (MPa ^{0,5})	6,5				
Tetrahydrofurfuryl metacrylat (% khối lượng)	Thông số phân tán (δD) (MPa ^{0,5})	16,8			100	
	Thông số lực lưỡng cực-lưỡng cực (δP) (MPa ^{0,5})	5,2				
	Thông số liên kết hydro (δH) (MPa ^{0,5})	5,7				
Butyl benzoat (% khối lượng)	Thông số phân tán (δD) (MPa ^{0,5})	18,3				100
	Thông số lực lưỡng cực-lưỡng cực (δP) (MPa ^{0,5})	5,6				
	Thông số liên kết hydro (δH) (MPa ^{0,5})	5,5				
Nhựa nóng chảy phản ứng			Chất tiền trùng hợp uretan (1)	Chất tiền trùng hợp uretan (1)	Chất tiền trùng hợp uretan (1)	Chất tiền trùng hợp uretan (1)

Độ bền bong tróc (N)				
Sau khi đặt chất làm bong tróc	0,47	0,40	0,50	0,46
Trước khi đặt chất làm bong tróc	1,32	1,32	1,32	1,32

Bảng 2

Bảng 2			Ví dụ 5	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2
Chất làm bong tróc					
Hexyl benzoat (% khối lượng)	Thông số phân tán (δD) ($\text{MPa}^{0,5}$)	17,2	100		
	Thông số lực lưỡng cực-lưỡng cực (δP) ($\text{MPa}^{0,5}$)	4,9			
	Thông số liên kết hydro (δH) ($\text{MPa}^{0,5}$)	3,4			
Rượu benzylic (% khối lượng)	Thông số phân tán (δD) ($\text{MPa}^{0,5}$)	18,4		100	
	Thông số lực lưỡng cực-lưỡng cực (δP) ($\text{MPa}^{0,5}$)	6,3			
	Thông số liên kết hydro (δH) ($\text{MPa}^{0,5}$)	13,7			
Nước (% khối lượng)	Thông số phân tán (δD) ($\text{MPa}^{0,5}$)	15,5			100
	Thông số lực lưỡng cực-lưỡng cực (δP) ($\text{MPa}^{0,5}$)	16,0			

	Thông số liên kết hydro (δH) (MPa ^{0.5})	42,3			
Nhựa nóng chảy phản ứng			Chất tiền trùng hợp uretan (1)	Chất tiền trùng hợp uretan (1)	Chất tiền trùng hợp uretan (1)
Độ bền bong tróc (N)					
Sau khi tiêm chất làm bong tróc			0,55	0,92	1,20
Trước khi tiêm chất làm bong tróc			1,32	1,32	1,32

Chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng theo sáng chế được phát hiện ra là có khả năng làm bong tróc (độ bong tróc) vượt trội giữa lớp keo nóng chảy phản ứng và lớp nền.

Ngược lại, trong Ví dụ so sánh 1 mà theo một phương án trong đó chất làm bong tróc được sử dụng có thông số độ tan Hansen đối với liên kết hydro (δH) vượt quá giới hạn được xác định trong sáng chế, chỉ giảm không đáng kể độ bền bong tróc và độ bong tróc không thỏa đáng được quan sát thấy.

Ngoài ra, trong Ví dụ so sánh 2 mà theo một phương án trong đó chất làm bong tróc được sử dụng có Thông số độ tan Hansen đối với lực lưỡng cực-lưỡng cực (δP) và liên kết hydro (δH) vượt quá các giới hạn tương ứng được xác định trong sáng chế, chỉ giảm không đáng kể độ bền bong tróc và độ bong tróc không thỏa đáng được quan sát thấy.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng, có các thông số độ tan Hansen sau:

thông số phân tán (δD) nằm trong khoảng từ 14,0 đến 21,0 MPa^{0,5};

thông số lực lưỡng cực-lưỡng cực (δP) nằm trong khoảng từ 0 đến 10,5 MPa^{0,5}; và

thông số liên kết hydro (δH) nằm trong khoảng từ 0 đến 13,5 MPa^{0,5},

nhựa nóng chảy phản ứng bao gồm nhựa nóng chảy hóa rắn bằng hơi ẩm mà chứa chất tiền trùng hợp uretan chứa nhóm isoxyanat,

chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng bao gồm một hoặc nhiều dung môi được chọn từ nhóm bao gồm các este của axit benzoic, rượu tetrahydrofurfurylic, và tetrahydrofurfuryl (met)acrylat.

2. Chất làm bong tróc nhựa nóng chảy phản ứng theo điểm 1,

trong đó chất tiền trùng hợp uretan có hàm lượng liên kết uretan nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3 mol/kg.