



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

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

(11)



1-0043915

(51)^{2021.01} C08G 63/60; C08L 67/03

(13) B

(21) 1-2021-07006

(22) 02/04/2020

(86) PCT/JP2020/015149 02/04/2020

(87) WO2020/204124 08/10/2020

(30) 2019-071069 03/04/2019 JP

(45) 25/03/2025 444

(43) 25/01/2022 406A

(73) POLYPLASTICS CO., LTD. (JP)

2-18-1, Konan, Minato-ku, Tokyo 1088280, Japan

(72) YOKOTA, Toshiaki (JP); KAWAHARA, Toshinori (JP).

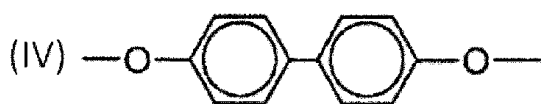
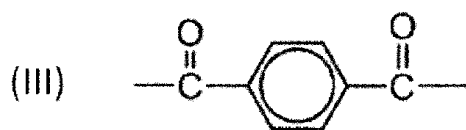
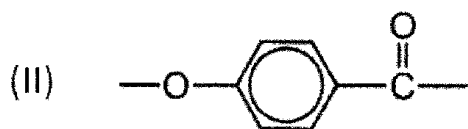
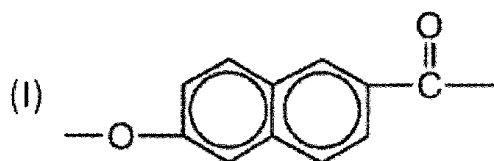
(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) POLYESTE THƠM HOÀN TOÀN VÀ CHẾ PHẨM NHỰA POLYESTE

(21) 1-2021-07006

(57) Sáng chế đề cập đến polyeste thơm hoàn toàn trong đó khả năng tạo ra sản phẩm thăng hoa trong các phản ứng trùng hợp là thấp và lượng tạp chất được giảm bớt, và chế phẩm nhựa polyeste chứa polyeste này. Vấn đề này được giải quyết bằng polyeste thơm hoàn toàn có đặc trưng là bao gồm các đơn vị cấu trúc (I), (II), (III) và (IV) sau đây làm thành phần cấu tạo cơ bản, trong đó hàm lượng của đơn vị cấu trúc (I) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 40 đến 75% mol, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (II) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7,5% mol, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol, tổng hàm lượng của các đơn vị cấu trúc (I), (II), (III), và (IV) so với tổng các đơn vị cấu trúc là 100% mol, và chênh lệch giữa hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) và hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) là 0,150% mol hoặc thấp hơn.

Công thức hóa học 1.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến polyeste thơm hoàn toàn trong đó khả năng tạo ra sản phẩm thăng hoa trong các phản ứng trùng hợp là thấp và lượng tạp chất được giảm bớt, và chế phẩm nhựa polyeste chứa polyeste này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhựa tinh thể lỏng như polyeste thơm hoàn toàn có sự cân bằng tốt về độ lỏng, độ bền cơ học, nhiệt trở, trở lực hoá học, tính chất điện, v.v. rất tốt và do đó được sử dụng thích hợp và rộng rãi làm chất dẻo kỹ thuật hiệu năng cao.

Axit 4-hydroxybenzoic là thành phần chính của nhiều polyeste thơm hoàn toàn hiện có sẵn trên thị trường. Tuy nhiên, ở homopolyme của axit 4-hydroxybenzoic, nhiệt độ nóng chảy tăng lên cao hơn nhiệt độ phân huỷ, nên cần thiết phải hạ thấp nhiệt độ nóng chảy bằng cách đồng trùng hợp với các thành phần khác nhau.

Polyeste thơm hoàn toàn sử dụng axit 1,4-phenylendicarboxylic, 1,4-dihydroxybenzen, 4,4'-dihydroxybiphenyl, v.v. làm các thành phần copolyme có nhiệt độ nóng chảy cao là 350°C hoặc cao hơn và nhiệt độ này quá cao để thực hiện xử lý nóng chảy bằng các thiết bị đa dụng. Ngoài ra, đã thử nghiệm các phương pháp khác nhau để hạ thấp nhiệt độ nóng chảy của polyme có nhiệt độ nóng chảy cao như vậy xuống nhiệt độ mà polyme có thể được xử lý bằng thiết bị xử lý nóng chảy đa dụng và mặc dù đã thực hiện việc hạ thấp một vài độ đối với nhiệt độ nóng chảy, vẫn gặp vấn đề là không duy trì được độ bền cơ học ở nhiệt độ cao (ngay dưới nhiệt độ nóng chảy).

Để giải quyết vấn đề này, polyeste thơm hoàn toàn có cấu trúc cụ thể với axit 6-hydroxy-2-naphtoic làm thành phần chính đã được đưa ra (Tài liệu sáng chế 1).

Danh sách tài liệu viện dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 2002-179776 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Tuy nhiên, có vấn đề về việc sản phẩm thăng hoa được tạo ra trong các phản ứng

trùng hợp với polyeste thơm hoàn toàn của Tài liệu sáng chế 1, sản phẩm thăng hoa này được tạo lắng và tích tụ trên vách trong, v.v. của bình trùng hợp, và sản phẩm thăng hoa này sau đó được trùng ngưng, được thoái biến, hoặc được cacbon hoá gây tạp nhiễm polyme dưới dạng tạp chất.

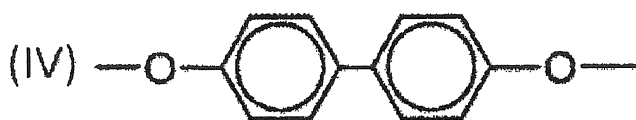
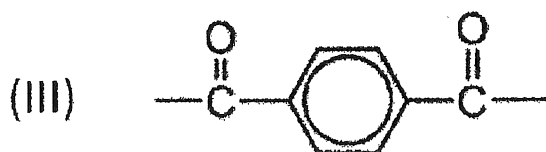
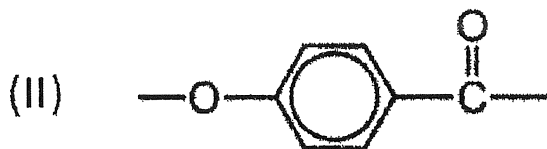
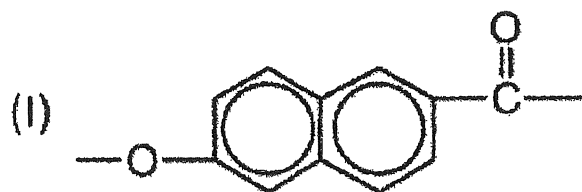
Ngoài ra, sản phẩm thăng hoa được tạo ra trong polyeste thơm hoàn toàn trong các phản ứng trùng hợp là thành phần monome, gây sai lệch về sự cân bằng kết thúc, và là trở ngại cho quá trình trùng hợp.

Do đó, sáng chế đề xuất polyeste thơm hoàn toàn trong đó khả năng tạo ra sản phẩm thăng hoa trong các phản ứng trùng hợp là thấp và lượng tạp chất được giảm bớt, và chế phẩm nhựa polyeste chứa polyeste này.

Giải pháp kỹ thuật

Các tác giả sáng chế phát hiện ra rằng có thể giải quyết vấn đề nêu trên bằng cách tạo kết cấu polyeste thơm hoàn toàn có đặc trưng là bao gồm các đơn vị cấu trúc (I), (II), (III) và (IV) sau đây làm thành phần cấu tạo cơ bản, trong đó hàm lượng của đơn vị cấu trúc (I) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 40 đến 75% mol, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (II) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7,5% mol, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol, tổng hàm lượng của các đơn vị cấu trúc (I), (II), (III), và (IV) so với tất cả các đơn vị cấu trúc là 100% mol, và chênh lệch giữa hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) và hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) là 0,150% mol hoặc thấp hơn, giúp hoàn thiện sáng chế. Cụ thể hơn, sáng chế đề xuất như sau.

Công thức hóa học 1



(1) Polyeste thơm hoàn toàn có đặc trưng là bao gồm các đơn vị cấu trúc (I), (II), (III) và (IV) sau đây làm thành phần cấu tạo cơ bản, trong đó:

hàm lượng của đơn vị cấu trúc (I) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 40 đến 75% mol,

hàm lượng của đơn vị cấu trúc (II) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7,5% mol,

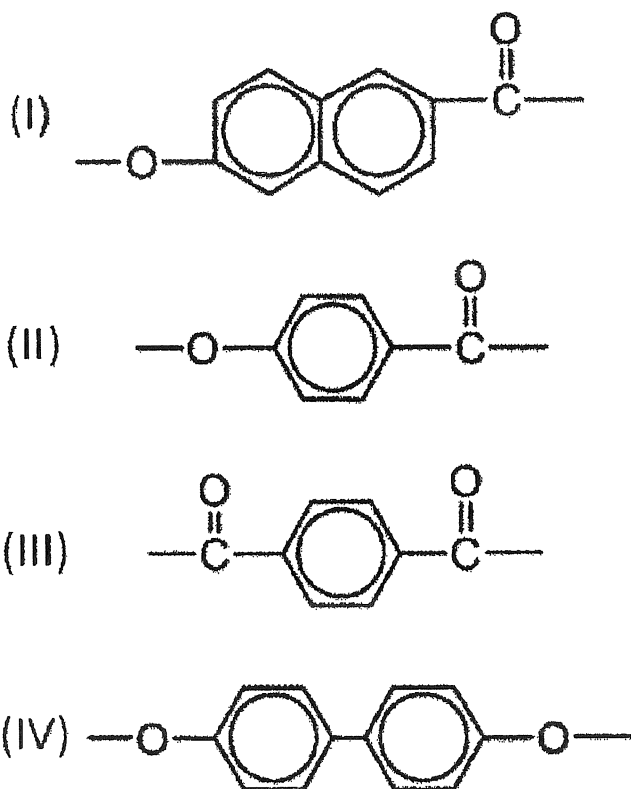
hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol,

hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol,

tổng hàm lượng của các đơn vị cấu trúc (I), (II), (III), và (IV) so với tất cả các đơn vị cấu trúc là 100% mol, và

chênh lệch giữa hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) và hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) là 0,150% mol hoặc thấp hơn.

Công thức hóa học 2



(2) Chế phẩm nhựa polyeste chứa polyeste thơm hoàn toàn được mô tả trong mục (1).

(3) Sản phẩm tạo khuôn polyeste thu được bằng cách tạo khuôn polyeste thơm hoàn toàn được mô tả trong mục (1) hoặc chế phẩm nhựa polyeste được mô tả trong mục (2).

(4) Phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn, có đặc trưng là:

bao gồm bước axyl hoá axit 6-hydroxy-2-naphtic, axit 4-hydroxybenzoic và 4,4'-dihydroxybiphenyl với anhydrit axit béo và chuyển hoá este với axit 1,4-phenylendicarboxylic;

so với tất cả các monome bao gồm axit 6-hydroxy-2-naphtic, axit 4-hydroxybenzoic, axit 1,4-phenylendicarboxylic và 4,4'-dihydroxybiphenyl,

lượng axit 6-hydroxy-2-naphtic được sử dụng nằm trong khoảng từ 40 đến 75% mol,

lượng axit 4-hydroxybenzoic được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7,5% mol,

lượng axit 1,4-phenylendicarboxylic được sử dụng nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol,

lượng 4,4'-dihydroxybiphenyl được sử dụng nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol, tổng lượng axit 6-hydroxy-2-naphtic, axit 4-hydroxybenzoic, axit 1,4-phenylendicarboxylic và 4,4'-dihydroxybiphenyl được sử dụng là 100% mol; và tăng nhiệt độ từ 140°C đến 360°C từng bước.

(5) Phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn được mô tả trong mục (4), trong đó sự tăng nhiệt độ từng bước được chia thành tăng nhiệt độ từ 140°C đến 200°C, từ 200°C đến 270°C, và từ 270°C đến 360°C.

(6) Phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn được mô tả trong mục (4) hoặc (5), trong đó tốc độ tăng nhiệt độ từ 140°C đến 200°C là 0,4°C/phút hoặc lớn hơn và nhỏ hơn 0,8°C/phút.

(7) Phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn được mô tả theo mục bất kỳ trong số các mục từ (4) đến (6), trong đó tốc độ tăng nhiệt độ từ 200°C đến 270°C là 0,8°C/phút hoặc lớn hơn và 1,2°C/phút hoặc nhỏ hơn.

(8) Phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn được mô tả theo mục bất kỳ trong số các mục từ (4) đến (7), trong đó tốc độ tăng nhiệt độ từ 270°C đến 360°C là 0,4°C/phút hoặc lớn hơn và 1,2°C/phút hoặc nhỏ hơn.

Hiệu quả có thể đạt được của sáng chế

Theo sáng chế, có thể đề xuất polyeste thơm hoàn toàn trong đó khả năng tạo ra sản phẩm trắng hoa trong các phản ứng trùng hợp là thấp và lượng tạp chất được giảm bớt, và chế phẩm nhựa polyeste chứa polyeste này.

Mô tả chi tiết sáng chế

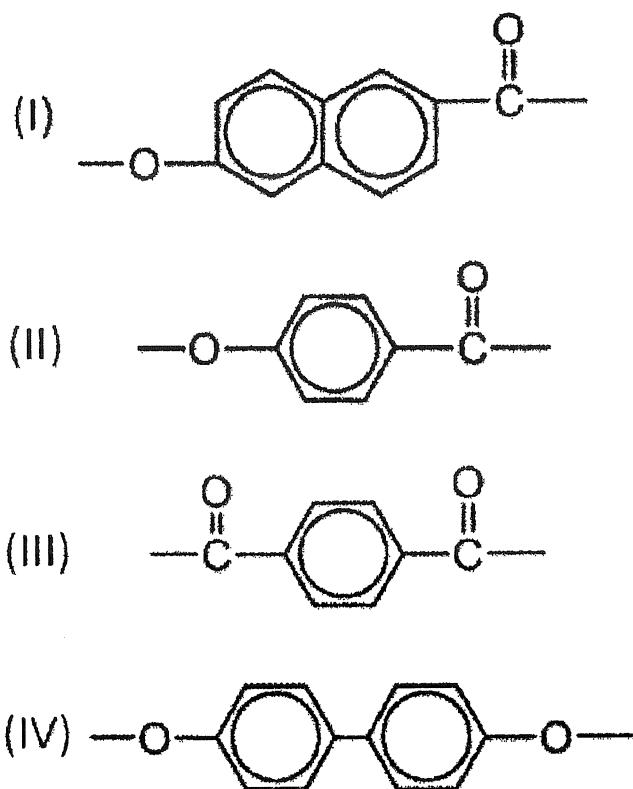
Phương án của sáng chế sẽ được làm rõ chi tiết dưới đây. Sáng chế không bị giới hạn ở phương án sau đây và có thể được tiến hành với bước bổ sung các cải biến thích hợp miễn là không gây cản trở hiệu quả của sáng chế. Theo sáng chế, “từ A đến B” có nghĩa là “A hoặc cao hơn và B hoặc thấp hơn”.

Polyeste thơm hoàn toàn

Polyeste thơm hoàn toàn làm theo sáng chế có đặc trưng là bao gồm các đơn vị cấu trúc (I), (II), (III) và (IV) sau đây làm thành phần cấu tạo cơ bản, trong đó hàm lượng của đơn vị cấu trúc (I) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 40 đến 75%

mol, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (II) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7,5% mol, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol, tổng hàm lượng của các đơn vị cấu trúc (I), (II), (III), và (IV) so với tất cả các đơn vị cấu trúc là 100% mol, và chênh lệch giữa hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) và hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) là 0,150% mol hoặc thấp hơn.

Công thức hóa học 3



Đơn vị cấu trúc (I) có nguồn từ axit 6-hydroxy-2-naphtoic (sau đây còn được gọi là “HNA”). Polyeste thơm hoàn toàn theo sáng chế bao gồm đơn vị cấu trúc (I) với lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 75% mol so với tất cả các đơn vị cấu trúc. Nếu hàm lượng của đơn vị cấu trúc (I) thấp hơn 40% mol, thì nhiệt độ nóng chảy giảm xuống và không đủ nhiệt trở. Nếu hàm lượng của đơn vị cấu trúc (I) vượt quá 75% mol, thì xảy ra việc hoá rắn trong quá trình trùng hợp và không thể thu được polyme. Xét về nhiệt trở và khả năng trùng hợp, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (I) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 40 đến 70% mol, tốt hơn nữa là từ 40 đến 65% mol, còn tốt hơn là từ 40 đến 63% mol, thậm chí tốt hơn là từ 40 đến 62% mol, và đặc biệt tốt hơn là từ 40 đến 60% mol.

Đơn vị cấu trúc (II) có nguồn từ axit 4-hydroxybenzoic (sau đây còn được gọi là “HBA”). Polyeste thơm hoàn toàn theo sáng chế bao gồm đơn vị cấu trúc (II) với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7,5% mol so với tất cả các đơn vị cấu trúc. Nếu hàm lượng của đơn vị cấu trúc (II) thấp hơn 0,5% mol, thì xảy ra việc hoá rắn trong quá trình trùng hợp và không thể thu được polyme. Nếu hàm lượng của đơn vị cấu trúc (II) vượt quá 7,5% mol, thì nhiệt độ nóng chảy giảm xuống và không đủ nhiệt trở. Xét về nhiệt trở và khả năng trùng hợp, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (II) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7,0% mol, tốt hơn nữa là từ 1,0 đến 7,0% mol, còn tốt hơn là từ 1,2 đến 7,0% mol, thậm chí tốt hơn là từ 1,5 đến 6,5% mol, và đặc biệt tốt hơn là từ 2,0 đến 6,0% mol.

Đơn vị cấu trúc (III) có nguồn từ axit 1,4-phenylendicarboxylic (sau đây còn được gọi là “TA”). Polyeste thơm hoàn toàn theo sáng chế bao gồm đơn vị cấu trúc (III) với lượng nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol so với tất cả các đơn vị cấu trúc. Nếu hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) thấp hơn 8,5% mol hoặc vượt quá 30% mol, ít nhất một trong số nhiệt trở và việc hạ thấp nhiệt độ nóng chảy dễ trở nên không đủ. Xét về sự tương thích giữa nhiệt trở và việc hạ thấp nhiệt độ nóng chảy, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 30% mol, tốt hơn nữa là từ 12 đến 28% mol, còn tốt hơn là từ 14 đến 28% mol, thậm chí tốt hơn là từ 15 đến 28% mol, và đặc biệt tốt hơn là từ 17 đến 27% mol.

Đơn vị cấu trúc (IV) có nguồn từ 4,4'-dihydroxybiphenyl (sau đây còn được gọi là “BP”). Polyeste thơm hoàn toàn theo sáng chế bao gồm đơn vị cấu trúc (IV) với lượng nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol so với tất cả các đơn vị cấu trúc. Nếu hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) thấp hơn 8,5% mol hoặc vượt quá 30% mol, thì ít nhất một trong số nhiệt trở và việc hạ thấp nhiệt độ nóng chảy dễ trở nên không đủ. Xét về sự tương thích giữa nhiệt trở và việc hạ thấp nhiệt độ nóng chảy, hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 30% mol, tốt hơn nữa là từ 12 đến 28% mol, còn tốt hơn là từ 14 đến 28% mol, thậm chí tốt hơn là từ 15 đến 28% mol, và đặc biệt tốt hơn là từ 17 đến 27% mol.

Như đã nêu ở trên, polyeste thơm hoàn toàn theo sáng chế chứa các đơn vị cấu trúc cụ thể từ (I) đến (IV) với lượng cụ thể so với tất cả các đơn vị cấu trúc và chênh lệch giữa hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) và hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) là 0,150% mol hoặc thấp hơn, nên khả năng xuất hiện sản phẩm thăng hoa trong các phản ứng trùng hợp là thấp và lượng tạp chất được giảm bớt. Trong polyeste thơm hoàn toàn

theo sáng chế, chênh lệch giữa hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) và hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) tốt hơn là 0,145% mol hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 0,140% mol hoặc thấp hơn, còn tốt hơn là 0,135% mol hoặc thấp hơn, thậm chí tốt hơn là 0,130% mol hoặc thấp hơn, và đặc biệt tốt hơn là 0,125% mol hoặc thấp hơn. Ngoài ra, polyeste thơm hoàn toàn theo sáng chế bao gồm các đơn vị cấu trúc từ (I) đến (IV) với lượng tổng 100% mol so với tất cả các đơn vị cấu trúc.

Tiếp theo sẽ làm rõ các tính chất của polyeste thơm hoàn toàn. Polyeste thơm hoàn toàn theo sáng chế thể hiện tính không đẳng hướng quang học khi bị nóng chảy. Việc thể hiện tính không đẳng hướng quang học khi bị nóng chảy có nghĩa là polyeste thơm hoàn toàn theo sáng chế là polyme dạng tinh thể lỏng.

Theo sáng chế, việc polyeste thơm hoàn toàn là polyme dạng tinh thể lỏng là yếu tố không thể thay thế để polyeste thơm hoàn toàn này có cả độ bền nhiệt và khả năng gia công dễ dàng. Cũng có polyeste thơm hoàn toàn được cấu thành bởi các đơn vị cấu trúc từ (I) đến (IV) trong đó, do thành phần cấu tạo và sự phân bố trình tự trên polyme, pha nóng chảy không đẳng hướng không tạo thành, nhưng polyme theo sáng chế bị giới hạn ở polyeste thơm hoàn toàn mà thể hiện tính không đẳng hướng quang học khi bị nóng chảy.

Tính chất không đẳng hướng nóng chảy có thể được xác nhận bằng phương pháp kiểm tra phân cực được sử dụng phổ biến bằng cách sử dụng kính phân cực trực giao. Cụ thể hơn, tính không đẳng hướng nóng chảy có thể được xác nhận bằng cách làm nóng chảy mẫu thử nghiệm được đặt lên trên bộ nóng được sản xuất bởi Linkam Scientific Instruments và sử dụng kính hiển vi phân cực được sản xuất bởi OLYMPUS CORPORATION để quan sát mẫu đã nóng chảy trong môi trường nitơ với độ phóng đại 150 lần. Polyme dạng tinh thể lỏng có tính không đẳng hướng quang học và cho phép ánh sáng đi qua khi kính phân cực trực giao được gài vào đó. Khi mẫu thử nghiệm có tính không đẳng hướng quang học, thì ánh sáng phân cực sẽ đi qua đó ngay cả khi mẫu thử nghiệm, ví dụ, ở trạng thái lỏng tinh nóng chảy.

Xảy ra sự giảm mạnh độ nhớt ở nhiệt độ bằng hoặc cao hơn nhiệt độ nóng chảy ở polyme dạng tinh thể lỏng nematic, nên nhìn chung, việc thể hiện sự kết tinh lỏng ở nhiệt độ nóng chảy hoặc ở nhiệt độ cao hơn đóng vai trò chỉ thị về khả năng gia công. Nhiệt độ nóng chảy càng cao thì xét về nhiệt trở lại càng tốt, nhưng khi xem xét đến sự

thoái biến nhiệt khi polyme được gia công nóng chảy, thì khả năng gia nhiệt khi được tạo khuôn, v.v., nhiệt độ 380°C hoặc thấp hơn là đầu mối được ưu tiên. Ngoài ra, nhiệt độ từ 260 đến 370°C được ưu tiên hơn, nhiệt độ từ 270 đến 370° được ưu tiên hơn nữa, và nhiệt độ từ 280 đến 360°C được ưu tiên đặc biệt.

Độ nhớt nóng chảy của polyeste thơm hoàn toàn theo sáng chế ở nhiệt độ từ 10 đến 40°C cao hơn nhiệt độ nóng chảy của nó và có tốc độ cắt 1000/giây tốt hơn là 1000 Pa·s hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là từ 4 đến 500 Pa·s, còn tốt hơn là từ 4 đến 250 Pa·s, và đặc biệt tốt hơn là từ 5 đến 100 Pa·s. Nếu độ nhớt nóng chảy nằm trong khoảng được đề cập ở trên, để bảo toàn độ lỏng và áp suất làm đầy không dễ trở nên quá mức ở chính polyeste thơm hoàn toàn hoặc chế phẩm chứa polyeste thơm hoàn toàn trong quá trình tạo khuôn của nó. Theo sáng chế, độ nhớt nóng chảy có nghĩa là giá trị được đo theo ISO 11443.

Tiếp theo sẽ làm rõ phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn theo một phương án của sáng chế. Polyeste thơm hoàn toàn theo một phương án của sáng chế được trùng hợp bằng cách sử dụng phương pháp trùng hợp trực tiếp, phương pháp chuyển hoá este, v.v.. Khi trùng hợp, phương pháp trùng hợp nóng chảy, phương pháp trùng hợp dung dịch, phương pháp trùng hợp bột nhào, phương pháp trùng hợp pha rắn, hoặc tổ hợp của hai hoặc nhiều hơn hai phương pháp này được sử dụng và phương pháp trùng hợp nóng chảy hoặc tổ hợp của phương pháp trùng hợp nóng chảy và phương pháp trùng hợp pha rắn được ưu tiên sử dụng.

Khi trùng hợp theo sáng chế, chất axyl hoá có thể được sử dụng lên monome trùng hợp hoặc monome trong đó các điểm đầu cuối đã được hoạt hoá có thể được sử dụng làm dẫn xuất clorua axit. Anhydrit axit béo như anhydrit axetic là một ví dụ về chất axyl hoá.

Xét về màu sắc, lượng anhydrit axit béo được sử dụng theo phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn theo một phương án của sáng chế tốt hơn là thấp hơn 1,08 lần, tốt hơn nữa là từ 1,00 đến 1,07 lần, còn tốt hơn là từ 1,01 đến 1,07 lần, thậm chí tốt hơn là từ 1,01 đến 1,06 lần, và đặc biệt tốt hơn là từ 1,02 đến 1,06 lần so với tổng đương lượng hydroxyl của axit 6-hydroxy-2-naphtoic, axit 4-hydroxybenzoic và 4,4'-dihydroxybiphenyl.

Nhiều chất xúc tác khác nhau có thể được sử dụng trong các quy trình trùng hợp

này và các chất xúc tác gốc muối kim loại như kali axetat, magie axetat, thiếc (I) axetat, tetrabutyl titanat, chì axetat, natri axetat, amoni trioxit, tris(2,4-pentandionato)coban(III) và chất xúc tác gốc hợp chất hữu cơ như 1-metylimidazol và 4-dimetylaminopyridin có thể được mô tả làm chất xúc tác tiêu biểu.

Phản ứng này có thể được thực hiện bằng cách nạp tất cả các monome nguyên liệu thô (axit 6-hydroxy-2-naphtoic, axit 4-hydroxybenzoic, axit 1,4-phenylendicarboxylic và 4,4'-dihydroxybiphenyl), chất axyl hoá, và chất xúc tác vào cùng bình phản ứng và khơi mào phản ứng (kỹ thuật một giai đoạn) hoặc bằng cách axyl hoá nhóm hydroxyl của axit 6-hydroxy-2-naphtoic, axit 4-hydroxybenzoic, và 4,4'-dihydroxyphenyl với chất axyl hoá và sau đó cho phản ứng với nhóm carboxyl của axit 1,4-phenylencarboxylic (kỹ thuật hai giai đoạn).

Một khi hệ phản ứng đạt được nhiệt độ định trước, thì quá trình trùng hợp nóng chảy được thực hiện bằng cách khơi mào việc giảm áp suất và thiết lập đến áp suất giảm định trước. Sau khi momen quay của máy khuấy đạt đến giá trị định trước, thì khí trơ được đưa vào và đạt được trạng thái áp suất định trước từ trạng thái áp suất giảm qua áp suất thường, và polyeste thơm hoàn toàn này được xả khỏi hệ phản ứng.

Có thể tăng phân tử khối của polyeste thơm hoàn toàn được sản xuất bằng các phương pháp trùng hợp đề cập ở trên bằng cách trùng hợp pha rắn trong đó polyeste được gia nhiệt tiếp trong khí trơ ở áp suất thường hoặc áp suất giảm.

Phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn theo một phương án của sáng chế tốt hơn là bao gồm:

bước axyl hoá axit 6-hydroxy-2-naphtoic, axit 4-hydroxybenzoic và 4,4'-dihydroxybiphenyl với anhydrit axit béo và chuyển hoá este với axit 1,4-phenylendicarboxylic,

trong đó, so với tất cả các monome bao gồm axit 6-hydroxy-2-naphtoic, axit 4-hydroxybenzoic, axit 1,4-phenylendicarboxylic và 4,4'-dihydroxybiphenyl,

lượng axit 6-hydroxy-2-naphtoic được sử dụng nằm trong khoảng từ 40 đến 75% mol, và xét về nhiệt trở và khả năng trùng hợp, tốt hơn là từ 40 đến 70% mol, tốt hơn nữa là từ 40 đến 65% mol, còn tốt hơn là từ 40 đến 63% mol, thậm chí tốt hơn là từ 40 đến 62% mol, và đặc biệt tốt hơn là từ 40 đến 60% mol,

lượng axit 4-hydroxybenzoic được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7,5% mol, và xét về nhiệt trở và khả năng trùng hợp, tốt hơn là từ 0,5 đến 7,0% mol, tốt hơn nữa là từ 1,0 đến 7,0% mol, còn tốt hơn là từ 1,2 đến 7,0% mol, thậm chí tốt hơn là từ 1,5 đến 6,5% mol, và đặc biệt tốt hơn là từ 2,0 đến 6,0% mol,

lượng axit 1,4-phenylendicarboxylic được sử dụng nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol, và xét về sự tương thích giữa nhiệt trở và việc hạ thấp nhiệt độ nóng chảy, tốt hơn là từ 10 đến 30% mol, tốt hơn nữa là từ 12 đến 28% mol, còn tốt hơn là từ 14 đến 28% mol, thậm chí tốt hơn là từ 15 đến 28% mol, và đặc biệt tốt hơn là từ 17 đến 27% mol,

lượng 4,4'-dihydroxybiphenyl được sử dụng nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol, và xét về sự tương thích giữa nhiệt trở và việc hạ thấp nhiệt độ nóng chảy, tốt hơn là từ 10 đến 30% mol, tốt hơn nữa là từ 12 đến 28% mol, còn tốt hơn là từ 14 đến 28% mol, thậm chí tốt hơn là từ 15 đến 28% mol, và đặc biệt tốt hơn là từ 17 đến 27% mol,

tổng lượng axit 6-hydroxy-2-naphtoic, axit 4-hydroxybenzoic, axit 1,4-phenylendicarboxylic và 4,4'-dihydroxybiphenyl được sử dụng tốt hơn là 100% mol, và tốt hơn là nhiệt độ được tăng từ 140°C đến 360°C từng bước.

Sự tăng nhiệt độ từng bước theo phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn theo một phương án của sáng chế tốt hơn là được chia thành tăng nhiệt độ từ 140°C đến 200°C, từ 200°C đến 270°C, và từ 270°C đến 360°C.

Tốc độ tăng nhiệt độ từ 140°C đến 200°C theo phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn theo một phương án của sáng chế tốt hơn là 0,4°C/phút hoặc lớn hơn và nhỏ hơn 0,8°C/phút và tốt hơn nữa là 0,5°C/phút hoặc lớn hơn và nhỏ hơn 0,7°C/phút.

Tốc độ tăng nhiệt độ từ 200°C đến 270°C theo phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn theo một phương án của sáng chế tốt hơn là 0,8°C/phút hoặc lớn hơn và 1,2°C/phút hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 0,9°C/phút hoặc lớn hơn và 1,1°C/phút hoặc nhỏ hơn.

Tốc độ tăng nhiệt độ từ 270°C đến 360°C theo phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn theo một phương án của sáng chế tốt hơn là 0,4°C/phút hoặc lớn hơn và 1,2°C/phút hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 0,5°C/phút hoặc lớn hơn và 1,1°C/phút hoặc nhỏ hơn.

Xét về việc tăng phân tử khối, lượng (% mol) axit 1,4-phenylendicarboxylic được

sử dụng và lượng (% mol) 4,4'-dihydroxybiphenyl được sử dụng tốt hơn là bằng nhau theo phương pháp sản xuất polyeste thơm hoàn toàn theo một phương án của sáng chế. Sản phẩm thăng hoa được tạo ra khi sản xuất polyeste thơm hoàn toàn theo một phương án của sáng chế và do đó phát sinh chênh lệch về hàm lượng của axit 1,4-phenylendicarboxylic và 4,4'-dihydroxybiphenyl.

Chế phẩm nhựa polyeste

Theo công dụng, các chất độn vô cơ và hữu cơ dạng sợi, dạng hạt và dạng tấm khác nhau có thể được trộn lẫn với polyeste thơm hoàn toàn theo sáng chế được đề cập ở trên.

Về chất độn vô cơ được trộn lẫn với chế phẩm nhựa polyeste theo sáng chế, có chất độn dạng sợi, dạng hạt và dạng tấm.

Về chất độn vô cơ dạng sợi, có chất sợi vô cơ như sợi thủy tinh, sợi thủy tinh nghiền, sợi amian, sợi silic oxit, sợi silic oxit/alumin, sợi alumin, sợi ziricon oxit, sợi bo nitrua, sợi silic nitrit, sợi bo, sợi kali titanat, sợi từ silicat như volastonit, sợi magie sulfat, sợi nhôm borat, và ngoài ra, vật liệu sợi từ kim loại như thép không gỉ, nhôm, titan, đồng hoặc đồng thau. Sợi thủy tinh là chất độn dạng sợi đặc biệt tiêu biểu.

Ngoài ra, về chất độn vô cơ dạng hạt, có muối than, graphit, silic oxit, bột thạch anh, hạt thủy tinh, bóng thủy tinh, bột thủy tinh, silicat như canxi silicat, nhôm silicat, cao lanh, đất sét, diatomit, hoặc volastonit, oxit của kim loại như sắt oxit, titan oxit, kẽm oxit, antimon trioxit, hoặc alumin, cacbonat của kim loại như canxi cacbonat hoặc magie cacbonat, sulfat của kim loại như canxi sulfat hoặc bari sulfat, các ferit khác, silic oxit, silic nitrit, bo nitrua, các bột kim loại khác nhau, v.v..

Ngoài ra, về chất độn vô cơ dạng tấm, có mica, vảy thủy tinh, đá talc, các lá kim loại khác nhau, v.v..

Ví dụ về chất độn hữu cơ, có sợi tổng hợp độ bền cao chịu được nhiệt như sợi polyeste thơm, sợi polyme dạng tinh thể lỏng, sợi polyimit hoặc polyamit thơm, và dạng tương tự.

Các chất độn vô cơ và hữu cơ này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp hai hoặc nhiều hơn hai chất. Việc sử dụng kết hợp chất độn vô cơ dạng sợi và chất độn vô cơ dạng hạt hoặc dạng tấm được ưu tiên để có được sự kết hợp của độ bền cơ học, độ

chính xác về kích thước, tính chất điện, v.v.. Đặc biệt ưu tiên là sợi thủy tinh làm chất độn dạng sợi và mica và talc làm chất độn dạng tấm và lượng chất này được trộn lẫn là 120 phần theo khối lượng hoặc ít hơn và tốt hơn là từ 20 đến 80 phần theo khối lượng so với 100 phần theo khối lượng của polyeste thơm hoàn toàn. Bằng cách kết hợp sợi thủy tinh với mica hoặc talc, sự tăng nhiệt độ biến dạng nhiệt, tính chất cơ học v.v. của chế phẩm nhựa polyeste là đặc biệt rõ rệt.

Trong quá trình sử dụng các chất độn này, chất hồ sợi hoặc chất xử lý bề mặt có thể được sử dụng, nếu cần thiết.

Như được thảo luận ở trên, chế phẩm nhựa polyeste theo sáng chế bao gồm polyeste thơm hoàn toàn theo sáng chế làm thành phần cơ bản và bao gồm chất độn vô cơ hoặc hữu cơ khi cần thiết, nhưng chế phẩm này có thể bao gồm các thành phần khác miễn là chúng không gây trở ngại đối với hiệu quả của sáng chế. Trong bản mô tả, các thành phần khác có thể là thành phần bất kỳ, ví dụ, nhựa hoặc chất phụ gia khác như chất chống oxy hoá, chất ổn định, chất tạo màu hoặc chất tạo mầm.

Ngoài ra, phương pháp sản xuất chế phẩm nhựa polyeste theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể và chế phẩm nhựa polyeste này có thể được điều chế bằng các phương pháp đã biết thông thường.

Sản phẩm tạo khuôn polyeste

Sản phẩm tạo khuôn polyeste theo sáng chế có thể thu được bằng cách tạo khuôn polyeste amit thơm hoàn toàn hoặc chế nhựa polyeste theo sáng chế. Phương pháp tạo khuôn này không bị giới hạn cụ thể và phương pháp tạo khuôn thông thường có thể được dùng. Phương pháp tạo khuôn phun ép, tạo khuôn ép đùn, tạo khuôn ép nén, tạo khuôn thổi, tạo khuôn chân không, tạo khuôn bột, tạo khuôn quay, tạo khuôn phun ép khí, tạo khuôn phòng, v.v. có thể được mô tả làm ví dụ về các phương pháp tạo khuôn thông thường.

Sản phẩm tạo khuôn polyeste thu được bằng cách tạo khuôn polyeste thơm hoàn toàn, v.v. theo sáng chế có nhiệt trở rất tốt. Ngoài ra, sản phẩm tạo khuôn polyeste thu được bằng cách tạo khuôn chế phẩm nhựa polyeste theo sáng chế có nhiệt trở rất tốt và, bởi vì chế phẩm nhựa này bao gồm chất độn vô cơ hoặc hữu cơ khi cần thiết, nên độ bền cơ học, v.v. được cải thiện thêm.

Ngoài ra, polyeste thơm hoàn toàn và chế phẩm nhựa polyeste theo sáng chế có khả năng tạo khuôn rất tốt và do đó có thể được gia công thành các sản phẩm tạo khuôn ba chiều, sợi, màng, v.v. khác nhau.

Về ứng dụng được ưu tiên cho sản phẩm tạo khuôn polyeste theo sáng chế có các tính chất nêu trên, có bộ kết nối, khe cắm CPU, bộ phận chuyển mạch role, cuộn cảm, bộ phát động, hộp lọc giảm tiếng ồn, bảng mạch điện, cuộn cố định nhiệt dùng cho thiết bị OA, v.v..

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được làm rõ cụ thể hơn với các ví dụ dưới đây, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

Ví dụ 1

Monome nguyên liệu thô, chất xúc tác muối kim loại của axit béo, và chất axyl hoá sau đây được nạp vào bình trùng hợp được trang bị máy khuấy, cột tuần hoàn kín, cửa nạp monome, cửa đưa nitơ vào, và đường ống giảm áp/xả, và bắt đầu thay thế nitơ.

(I) axit 6-hydroxy-2-naphtoic, 0,883 mol (48% mol) (HNA)

(II) axit 4-hydroxybenzoic, 0,037 mol (2% mol) (HBA)

(III) axit 1,4-phenylendicarboxylic, 0,46 mol (25% mol) (TA)

(IV) 4,4'-dihydroxybiphenyl, 0,46 mol (25% mol) (BP)

Chất xúc tác kali axetat, 150 ppm

Chất xúc tác tris(2,4-pentandionato)coban(III), 150 ppm

Anhydrit axetic, 1,91 mol (1,04 lần so với tổng đương lượng hydroxyl của HNA, HBA và BP)

Sau khi nạp nguyên liệu thô, nhiệt độ của hệ phản ứng được nâng lên đến 140°C và các nguyên liệu được phản ứng trong một giờ ở 140°C. Sau đó, nhiệt độ được nâng lên tiếp trong điều kiện tốc độ được thể hiện trong Bảng 1 và áp suất sau đó được giảm xuống 10 Torr (tức là 1330 Pa) trong 20 phút, và quá trình trùng hợp nóng chảy được thực hiện trong khi chưng cất axetat, anhydrit axetic dư, và các thành phần khác ở nhiệt độ sôi thấp. Sau khi momen quay của máy khuấy đạt giá trị định trước, nitơ được đưa vào, đạt được trạng thái áp suất từ trạng thái áp suất giảm qua áp suất thông thường, và

sản phẩm được xả từ đáy bình phản ứng và được tạo hạt để thu được tiền chất polyme ở dạng hạt. Tiền chất polyme thu được được xử lý nhiệt ở 300°C trong dòng khí nitơ trong ba giờ (được trùng hợp pha rắn) và thu được polyme đích.

Lượng sản phẩm thăng hoa

Trong quá trình trùng hợp nóng chảy nêu trên, lượng sản phẩm thăng hoa được đo từ chênh lệch khối lượng ở phần trên của bình phản ứng và cột tuần hoàn kín. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 1.

Đánh giá

Đánh giá về nhiệt độ nóng chảy, độ nhớt nóng chảy, lượng nhóm đầu cuối và tạp chất được thực hiện đối với polyeste thơm hoàn toàn của Ví dụ 1 với các phương pháp sau đây. Các kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 1.

Nhiệt độ nóng chảy

Sau khi đo nhiệt độ đỉnh hấp thụ nhiệt (T_m1) được quan sát thấy khi polyeste thơm hoàn toàn được gia nhiệt trong điều kiện tăng nhiệt độ 20°C/phút từ nhiệt độ phòng bằng máy phân tích nhiệt quét vi sai (DSC, được sản xuất bởi PerkinElmer Co., Ltd.), polyeste được giữ ở nhiệt độ ($T_m1 + 40$)°C trong hai phút và sau đó được làm lạnh tạm thời xuống nhiệt độ phòng trong điều kiện giảm nhiệt độ 20°C/phút, và nhiệt độ đỉnh hấp thụ nhiệt được quan sát thấy trong điều kiện tăng nhiệt độ 20°C/phút sau đó được đo một lần nữa.

Độ nhớt nóng chảy

Bằng cách sử dụng Capilograph (được sản xuất bởi Toyo Seiki Seisaku-sho, Ltd.) và sử dụng lỗ có đường kính trong là 0,5 mm và độ dài là 30 mm ở nhiệt độ 380°C, đo độ nhớt nóng chảy của polyeste thơm hoàn toàn ở tốc độ cắt 1000/giây theo ISO 11443.

(Hàm lượng) chế phẩm monome

Chế phẩm monome được tính bằng cách sử dụng phương pháp sắc ký khí nhiệt phân được mô tả trong tài liệu Polymer Degradation and Stability No. 76 (2002), trang 85-94. Cụ thể, bằng cách sử dụng chất nhiệt phân ("PY2020iD" được sản xuất bởi Frontier Laboratories Ltd.), polyeste thơm hoàn toàn được gia nhiệt trong sự có mặt của tetrametylamoni hydroxit (TMAH) và khí được tạo ra bằng cách nhiệt phân/metyl hoá. Khí này được phân tích bằng cách sử dụng kỹ thuật sắc ký khí ("GC-6890N" được sản

xuất bởi Agilent Technologies Japan, Ltd.) và chênh lệch giữa hàm lượng của đơn vị cấu tạo bắt nguồn từ axit 1,4-phenylendicarboxylic và hàm lượng của đơn vị cấu tạo bắt nguồn từ 4,4'-dihydroxybiphenyl được tính từ tỷ số của diện tích đỉnh bắt nguồn từ axit 1,4-phenylendicarboxylic và diện tích đỉnh bắt nguồn từ 4,4'-dihydroxybiphenyl.

Tạp chất

Bằng cách sử dụng máy ép nóng hỗ trợ nhiệt độ cao (“NP-SNH” được sản xuất bởi Toyo Seiki Seisaku-sho, Ltd.), polyeste thơm hoàn toàn được tạo thành màng (0,5 g/tấm, bề dày màng 100 μm). Lượng tạp chất 0,3 mm hoặc lớn hơn được xác nhận bằng cách dùng ánh sáng trắng chiếu từ phía sau lên màng và sử dụng kính lúp. Thực hiện việc xác nhận lượng tạp chất lên năm tấm (2,5 g) và xác định lượng tạp chất trên mỗi khối lượng đơn vị. Các trường hợp mà lượng tạp chất là 0/g được thể hiện dưới dạng “P” và các trường hợp mà có 1/g hoặc nhiều hơn được thể hiện dưới dạng “F”.

Ví dụ 2 đến Ví dụ 4 và Ví dụ so sánh 1 đến Ví dụ so sánh 10

Ngoài các loại monome nguyên liệu thô, lượng được sử dụng (% mol), và tốc độ tăng nhiệt độ như được chỉ ra trong Bảng 1 và Bảng 2, cũng thu được polyme theo cùng một cách như trong Ví dụ 1. Ngoài ra, đánh giá được thực hiện theo cùng một cách như với Ví dụ 1 (độ nhớt nóng chảy của Ví dụ 4 và Ví dụ so sánh 4 được đo ở nhiệt độ 350°C). Các kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 1 và Bảng 2.

Bảng 1

		VÍ DỤ 1	VÍ DỤ 2	VÍ DỤ 3	VÍ DỤ 4	VÍ DỤ SO SÁNH 1	VÍ DỤ SO SÁNH 2	VÍ DỤ SO SÁNH 3	VÍ DỤ SO SÁNH 4
CHẾ PHẨM MONOME (LƯỢNG ĐƯỢC SỬ DỤNG)	HNA	48	48	40	60	48	48	40	60
	HBA	2	2	6	6	2		6	6
	TA	25	25	27	17	25	25	27	17
	BP	25	25	27	17	25	25	27	17
	TỔNG	100	100	100	100	100	100	100	100
TỐC ĐỘ TĂNG NHIỆT ĐỘ	140-200°C	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60	0,40	0,60	0,60
	200-270°C	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,60	1,00	1,00
	270-360°C	0,50	1,00	0,75	0,50	1,50	1,50	1,50	1,50
	THỜI GIAN TĂNG NHIỆT ĐỘ	321	247	279	321	201	241	201	201
LƯỢNG SẢN PHẨM THĂNG HOA	% THEO KHỐI LƯỢNG	1,6	1,9	1,8	1,9	2,6	2,5	2,5	2,4
	NHIỆT ĐỘ NÓNG CHÁY	348	348	347	318	349	348	348	317
ĐỘ NHÓT NÓNG CHÁY	Pa.s	9	11	10	11	11	10	9	9
	CHENH LỆCH HÀM LƯỢNG TA VÀ HÀM LƯỢNG BP	0,102	0,121	0,115	0,125	0,167	0,173	0,159	0,173
TẠP CHẤT		P	P	P	P	F	F	F	F

Bảng 2

			VÍ DỤ SO SÁNH 5	VÍ DỤ SO SÁNH 6	VÍ DỤ SO SÁNH 7	VÍ DỤ SO SÁNH 8	VÍ DỤ SO SÁNH 9	VÍ DỤ SO SÁNH 10
CHẾ PHẨM MONOME (LƯỢNG ĐƯỢC SỬ DỤNG)	HNA	% MOL	48	48	48	48	48	48
	HBA	% MOL	2	2	2	2	2	2
	TA	% MOL	25	25	25	25	25	25
	BP	% MOL	25	25	25	25	25	25
	TỔNG	% MOL	100	100	100	100	100	100
TỐC ĐỘ TĂNG NHIỆT ĐỘ	140-200°C	°C/PHÚT T	0,69	0,40	0,80	0,30	0,89	0,40
	200-270°C	°C/PHÚT T	0,69	1,30	1,08	1,00	0,80	0,80
	270-360°C	°C/PHÚT T	0,68	0,40	0,30	0,70	0,46	1,29
	THỜI GIAN TĂNG NHIỆT ĐỘ	PHÚT	321	321	321	321	321	247
LƯỢNG SẢN PHẨM THĂNG HOA		% THEO KHỐI LƯỢNG	2,4	2,6	2,5	2,7	2,5	2,9
NHIỆT ĐỘ NÓNG CHÁY		°C	348	349	349	348	347	349
ĐỘ NHÓT NÓNG CHÁY		Pa.s	10	9	12	11	12	9
CHÉNH LỆCH GIỮA HÀM LƯỢNG TA VÀ HÀM LƯỢNG BP		% MOL	0,171	0,172	0,167	0,188	0,165	0,217
TẠP CHẤT		-	F	F	F	F	F	F

Như được thể hiện trong Bảng 2, tạp chất được tạo ra trong Ví dụ so sánh 8, trong đó tốc độ tăng nhiệt độ từ 140°C đến 200°C là 0,30°C/phút, và Ví dụ so sánh 9, trong đó tốc độ là 0,89°C/phút. Ngoài ra, như được thể hiện trong Bảng 1 và Bảng 2, tạp chất được tạo ra trong Ví dụ so sánh 2, trong đó tốc độ tăng nhiệt độ từ 200°C đến 270°C là 0,60°C/phút, Ví dụ so sánh 5, trong đó tốc độ là 0,69°C/phút, và Ví dụ so sánh 6, trong đó tốc độ là 1,30°C. Ngoài ra, như được thể hiện trong Bảng 1 và Bảng 2, tạp chất cũng được tạo ra trong Ví dụ so sánh 1 đến Ví dụ so sánh 4, trong đó tốc độ tăng nhiệt độ từ 270°C đến 360°C là 1,50°C/phút, Ví dụ so sánh 7, trong đó tốc độ là 0,30°C/phút, và Ví dụ so sánh 10, trong đó tốc độ là 1,29°C/phút.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Polyeste thơm hoàn toàn có đặc trưng là bao gồm các đơn vị cấu trúc (I), (II), (III) và (IV) sau đây làm thành phần cấu tạo cơ bản:

hàm lượng của đơn vị cấu trúc (I) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 40 đến 75% mol,

hàm lượng của đơn vị cấu trúc (II) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7,5% mol,

hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol,

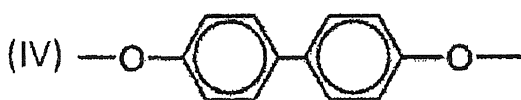
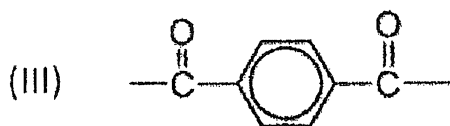
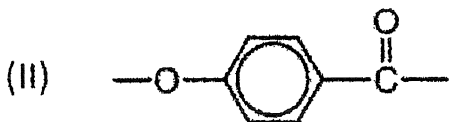
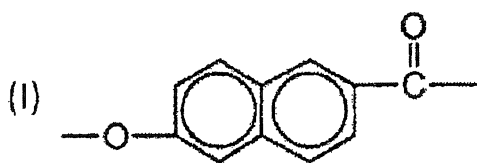
hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) so với tất cả các đơn vị cấu trúc nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol, và

tổng hàm lượng của các đơn vị cấu trúc (I), (II), (III) và (IV) so với tất cả các đơn vị cấu trúc là 100% mol,

trong đó chênh lệch giữa hàm lượng của đơn vị cấu trúc (III) và hàm lượng của đơn vị cấu trúc (IV) là 0,150% mol hoặc thấp hơn, và

số lượng tạp chất 0,3 mm hoặc lớn hơn khi được tạo thành màng có bề dày 0,5 g/tấm và bề dày màng 100 μm là 0/g.

Công thức hóa học 1



2. Chế phẩm nhựa polyeste chứa polyeste thơm hoàn toàn theo điểm 1.
3. Sản phẩm tạo khuôn polyeste thu được bằng cách tạo khuôn polyeste thơm hoàn toàn hoặc chế phẩm nhựa polyeste theo điểm 1 hoặc 2.
4. Phương pháp điều chế polyeste thơm hoàn toàn, có đặc trưng là:

bao gồm bước axyl hoá axit 6-hydroxy-2-naphtic, axit 4-hydroxybenzoic và 4,4'-dihydroxybiphenyl với anhydrit axit béo và chuyển hoá este với axit 1,4-phenylendicarboxylic,

so với tất cả các monome bao gồm axit 6-hydroxy-2-naphtic, axit 4-hydroxybenzoic, axit 1,4-phenylendicarboxylic và 4,4'-dihydroxybiphenyl,

lượng axit 6-hydroxy-2-naphtic được sử dụng nằm trong khoảng từ 40 đến 75% mol,

lượng axit 4-hydroxybenzoic được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 7,5% mol,

lượng axit 1,4-phenylendicarboxylic được sử dụng nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol,

lượng 4,4'-dihydroxybiphenyl được sử dụng nằm trong khoảng từ 8,5 đến 30% mol,

tổng lượng axit 6-hydroxy-2-naphtic, axit 4-hydroxybenzoic, axit 1,4-phenylendicarboxylic và 4,4'-dihydroxybiphenyl được sử dụng là 100% mol, và

hiệu suất được tăng từ 140°C đến 360°C từng bước,

trong đó số lượng tạp chất 0,3 mm hoặc lớn hơn khi được tạo thành màng có bề dày 0,5 g/tấm và bề dày màng 100 µm là 0/g.
5. Phương pháp điều chế polyeste thơm hoàn toàn theo điểm 4, trong đó sự tăng nhiệt độ từng bước được chia thành tăng nhiệt độ từ 140°C đến 200°C, từ 200°C đến 270°C, và từ 270°C đến 360°C.
6. Phương pháp điều chế polyeste thơm hoàn toàn theo điểm 4 hoặc 5, trong đó tốc độ tăng nhiệt độ từ 140°C đến 200°C là 0,4°C mỗi phút hoặc lớn hơn và nhỏ hơn 0,8°C mỗi phút.
7. Phương pháp điều chế polyeste thơm hoàn toàn theo điểm bất kỳ trong số các

điểm từ 4 đến 6, trong đó tốc độ tăng nhiệt độ từ 200°C đến 270°C là $0,8^{\circ}\text{C}$ mỗi phút hoặc lớn hơn và $1,2^{\circ}\text{C}$ mỗi phút hoặc nhỏ hơn.

8. Phương pháp điều chế polyeste thơm hoàn toàn theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 7, trong đó tốc độ tăng nhiệt độ từ 270°C đến 360°C là $0,4^{\circ}\text{C}$ mỗi phút hoặc lớn hơn và $1,2^{\circ}\text{C}$ mỗi phút hoặc nhỏ hơn.