



(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)



1-0044265

(51)^{2020.01} C08F 293/00; C08F 2/48; C09J 153/00; (13) B
C08F 8/14; C08F 2/38

(21) 1-2020-03863

(22) 19/12/2018

(86) PCT/US2018/066510 19/12/2018

(87) WO 2019/126327 A1 27/06/2019

(30) 62/607,437 19/12/2017 US

(45) 25/03/2025 444

(43) 25/09/2020 390A

(71) AVERY DENNISON CORPORATION (US)

8080 Norton Parkway, Mentor, Ohio 44060, United States of America

(72) Eric L. BARTHOLOMEW (US); William L. BOTTORF (US); Kyle R. HEIMBACH (US); Brandon S. MILLER (US); Michael T. WATERMAN (US); Michael ZAJACZKOWSKI (US).

(74) Công ty TNHH Lê & Lê (LE & LE)

(54) CHẾ PHẨM ĐỂ TẠO RA CHẾ PHẨM TRƯỚC KẾT DÍNH, CHẾ PHẨM KẾT DÍNH, PHƯƠNG PHÁP CHẾ TẠO CÁC CHẾ PHẨM NÀY, CHẤT TRƯỚC KẾT DÍNH VÀ CHẤT KẾT DÍNH NHẠY ÁP LỰC

(21) 1-2020-03863

(57) Sáng chế đề cập đến việc biến đổi các nhóm chức dọc theo trục chính polyme để làm cho các nhóm có thể kích hoạt khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa.

Sáng chế cũng đề cập đến các chế phẩm, chế phẩm kết dính và chế phẩm trước kết dính chứa các polyme được biến đổi, và phương pháp chế tạo các chế phẩm kết dính và trước kết dính.



FIG. 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp biến đổi các nhóm chức được kết hợp dọc theo trục chính polyme và/hoặc các nhóm phụ (nhóm bên) vào các nhóm có thể kích hoạt bởi tia cực tím. Trong nhiều phương án, việc biến đổi được thực hiện bằng cách sử dụng các polyme kiến trúc có các nhóm chức ở các vị trí hoặc các vùng cụ thể dọc theo trục chính polyme. Sáng chế cũng đề cập đến các chế phẩm, chế phẩm kết dính và chế phẩm trước kết dính chứa các polyme được biến đổi, các sản phẩm sử dụng chất kết dính, và hệ thống để chế biến các chất kết dính.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chất kết dính được hóa cứng bởi sự tiếp xúc với bức xạ tia cực tím đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật. Việc sử dụng các polyme kiến trúc được kiểm soát trong các chế phẩm kết dính cũng được biết đến và đã được mô tả bởi chủ đơn. Người ta cũng biết thêm rằng trong lĩnh vực kỹ thuật các nhóm chức dọc theo nhiều polyme thông thường có thể được biến đổi là có thể được kích hoạt bởi tia cực tím.

Tuy nhiên, cần có sự hình thành các chế phẩm kết dính sử dụng các polyme kiến trúc được kiểm soát mà khi kích hoạt, chẳng hạn bằng sự tiếp xúc với bức xạ tia cực tím, thể hiện các tính chất và/hoặc đặc tính đặc biệt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Những khó khăn và hạn chế liên quan đến các phương pháp trước đây được đề cập trong sáng chế như sau.

Trong một khía cạnh, sáng chế đề xuất chế phẩm bao gồm, gồm chủ yếu, hoặc gồm một tiền chất và một chất phản ứng. Tiền chất bao gồm ít nhất một copolyme khối acrylic, ít nhất một copolyme khối acrylic bao gồm (i) phân đoạn phản ứng thứ nhất có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát chứa ít nhất một monome có nhóm chức được chọn từ nhóm gồm có một nhóm chức tự phản ứng, một nhóm chức

phản ứng, một nhóm chức không phản ứng, và các kết hợp của chúng và (ii) phân đoạn thứ hai có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát bao gồm ít nhất một monome có nhóm chức được chọn từ nhóm gồm có một nhóm chức phản ứng, một nhóm chức không phản ứng, và các kết hợp của chúng. Các nhóm chức phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất và phân đoạn thứ hai có thể giống hoặc khác nhau. Các nhóm chức không phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất và phân đoạn thứ hai có thể giống hoặc khác nhau. Ít nhất một trong các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic có thể trải qua phản ứng chức hóa sau polyme hóa với chất phản ứng để tạo ra ít nhất một copolyme khối acrylic có thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa. Ít nhất một copolyme khối acrylic không có thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa trước khi phản ứng chức hóa sau polyme hóa. Đáng chú ý, (i) ít nhất một copolyme khối acrylic không chứa etylen không bão hòa dọc theo trục chính polyme và/hoặc các nhóm phụ, (ii) chất phản ứng chứa ít nhất một trong liên kết đôi và nhóm chức, nhóm chức có khả năng phản ứng với ít nhất một trong nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic, (iii) phản ứng chức hóa sau polyme hóa là phản ứng acryl hóa, và (iv) phản ứng chức hóa sau polyme hóa tạo ra một liên kết etylen không bão hòa trên ít nhất một copolyme khối acrylic, liên kết etylen không bão hòa là liên kết đôi. Tiền chất tạo ra chế phẩm trước kết dính sau khi phản ứng chức hóa sau polyme hóa của ít nhất một copolyme khối acrylic và chế phẩm trước kết dính nêu trên ít nhất một phần có thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa để tạo ra chất kết dính. Chất kết dính tạo thành có thể là chất kết dính nhạy áp lực. Bức xạ quang hóa là ít nhất một trong các bức xạ tia cực tím và bức xạ chùm điện từ.

Trong một số phương án, phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng và ít nhất một comonome có khả năng polyme hóa có nhóm chức có thể liên kết ngang, nhóm chức có thể liên kết ngang bao gồm một nhóm chức tự phản ứng và một nhóm chức phản ứng trong khi phân đoạn thứ hai chứa ít nhất một monome có một nhóm chức phản ứng và ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng. Trong các phương án khác, phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng và ít nhất một comonome có khả năng polyme hóa có nhóm chức có thể liên kết ngang, nhóm chức

có thể liên kết ngang chỉ bao gồm nhóm chức tự phản ứng trong khi phân đoạn thứ hai chứa ít nhất một monome chỉ có một nhóm chức không phản ứng. Trong các phương án khác nữa, phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng và ít nhất một comonome có khả năng polyme hóa có nhóm chức có thể liên kết ngang, nhóm chức có thể liên kết ngang chỉ bao gồm một nhóm chức phản ứng trong khi phân đoạn thứ hai chứa ít nhất một monome chỉ có một nhóm chức không phản ứng.

Quan trọng là, trong tất cả các phương án của đối tượng được mô tả ở trên, (i) nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic mà trải qua phản ứng sau polyme hóa có thể giống hoặc khác với nhóm chức của chất phản ứng, (ii) ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất và phân đoạn thứ hai có thể giống hoặc khác nhau, (iii) ít nhất một monome có một nhóm chức phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất và phân đoạn thứ hai có thể giống hoặc khác nhau, (iv) (các) phân đoạn phản ứng thứ nhất bao gồm khoảng từ 40% đến 99%, hoặc từ 45% đến 99%, hoặc từ 50% đến 99%, hoặc từ 55% đến 99%, hoặc từ 60% đến 99%, hoặc từ 65% đến 99%, hoặc từ 70% đến 99%, hoặc từ 75% đến 99%, hoặc từ 80% đến 99%, hoặc từ 85% đến 99%, hoặc từ 90% đến 99%, hoặc từ 95% đến 99% theo khối lượng của một hoặc nhiều monome không phản ứng, (v) phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa từ 40% đến 99%, hoặc từ 45% đến 99%, hoặc từ 50% đến 99%, hoặc từ 55% đến 99%, hoặc từ 60% đến 99%, hoặc từ 65% đến 99%, hoặc từ 70% đến 99%, hoặc từ 75% đến 99%, hoặc từ 80% đến 99%, hoặc từ 85% đến 99%, hoặc từ 90% đến 99%, hoặc từ 95% đến 99% theo khối lượng của một hoặc nhiều monome của phân đoạn thứ hai, (vi) phân đoạn phản ứng thứ nhất và phân đoạn thứ hai có thể được trộn lẫn về mặt phân tử (đồng nhất) trước khi hóa cứng hoặc trước khi liên kết ngang như được biểu hiện bởi các tính chất của chúng ở trạng thái công kênh mà là biểu thị của một polyme đơn pha, và (vii) ít nhất một trong các tiền chất và chế phẩm trước kết dính là một polyme đồng nhất (đơn pha) hoặc polyme lỏng ở khoảng nhiệt độ từ 15°C đến 200°C.

Trong một khía cạnh khác, copolyme khối acrylic được mô tả ở trên chứa hai phân đoạn phản ứng thứ nhất A có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát và một

phân đoạn thứ hai B có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát, trong đó các phân đoạn phản ứng thứ nhất A được định vị ở hai bên của phân đoạn B thứ hai ở giữa trên chuỗi polyme để xác định cấu trúc ABA.

Trong một khía cạnh khác nữa, copolyme khối acrylic được mô tả ở trên chứa hai phân đoạn thứ hai B có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát và một phân đoạn phản ứng thứ nhất A có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát, trong đó hai phân đoạn thứ hai B được định vị ở hai bên của phân đoạn phản ứng thứ nhất ở giữa A trên chuỗi polyme để xác định cấu trúc BAB.

Trong một khía cạnh khác nữa, sáng chế đề xuất chất trước kết dính bao gồm tiền chất được mô tả ở trên trong đó ít nhất một phần của các nhóm chức của copolyme khối acrylic của tiền chất này bao gồm các liên kết không bão hòa etylen.

Trong một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm bao gồm tiền chất được mô tả ở trên và monome có một nhóm chức acryl hóa trong đó ít nhất một trong các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic có thể trải qua phản ứng chức hóa sau polyme hóa với nhóm chức acryl hóa để tạo ra ít nhất một copolyme khối acrylic có thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa.

Trong một khía cạnh, sáng chế đề xuất phương pháp chế tạo chế phẩm trước kết dính có khả năng hóa cứng khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa. Phương pháp bao gồm cung cấp tiền chất được mô tả ở trên. Phương pháp cũng bao gồm biến đổi ít nhất một phần các nhóm chức của copolyme khối acrylic của tiền chất này để tạo ra chế phẩm trước kết dính trong đó việc biến đổi tạo ra các liên kết không bão hòa etylen trên copolyme khối acrylic mà khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa, có hiệu quả hóa cứng chế phẩm trước kết dính để theo đó tạo ra chế phẩm kết dính.

Trong một khía cạnh khác, sáng chế đề xuất chế phẩm trước kết dính được tạo ra bởi phương pháp đã nêu.

Trong một khía cạnh khác nữa, sáng chế cũng đề xuất phương pháp tạo ra chế phẩm kết dính bao gồm cung cấp tiền chất được mô tả ở trên, tiền chất này bao gồm copolyme khối acrylic được mô tả ở trên. Ít nhất một phần các nhóm chức của

copolyme khối acrylic copolyme khối này bao gồm các liên kết không bão hòa etylen. Phương pháp cũng bao gồm cho tiếp xúc chế phản trước kết dính với bức xạ quang hóa để bằng cách đó ít nhất hóa cứng một phần chế phẩm trước kết dính và tạo ra chế phẩm kết dính.

Trong một phương án khác, sáng chế đề xuất chế phẩm kết dính được tạo ra bởi phương pháp đã nêu.

Như sẽ được thực hiện, đối tượng được mô tả trong sáng chế có khả năng là các phương án khác và khác nhau và một số chi tiết của nó có khả năng biến đổi trong nhiều khía cạnh khác, tất cả không lệch ra khỏi đối tượng được yêu cầu bảo hộ. Theo đó, các hình vẽ và phần mô tả được coi là minh họa và không hạn chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là sơ đồ minh họa mô tả một polyme thông thường bao gồm các nhóm chức phản ứng khác nhau và khi tiếp xúc với bức xạ tia cực tím, hình thành một mạng lưới liên kết ngang ngẫu nhiên thông thường.

Fig. 2 là sơ đồ minh họa mô tả các polyme kiến trúc được kiểm soát (CAP) và khi tiếp xúc với bức xạ tia cực tím, hình thành mạng lưới được liên kết cuối mạch tăng cường theo đối tượng sáng chế.

Fig. 3 là sơ đồ minh họa một mạng lưới được liên kết ngang ngẫu nhiên thông thường và, khi kết hợp trong chất kết dính, các đặc tính kết dính điển hình được kết hợp với mạng lưới này.

Fig. 4 là sơ đồ minh họa một mạng lưới được liên kết cuối mạch tăng cường và, khi kết hợp trong chất kết dính, các đặc tính kết dính điển hình được kết hợp với mạng lưới này trong chất kết dính theo đối tượng sáng chế.

Fig. 5 là sơ đồ quy trình thể hiện quy trình và hệ thống đại diện để sản xuất chất kết dính theo đối tượng sáng chế.

Fig. 6 là sơ đồ minh họa sản phẩm dải băng bao gồm chất kết dính theo đối tượng sáng chế.

Fig. 7 là sơ đồ mặt cắt ngang của sản phẩm dải băng khác theo đối tượng sáng chế.

Fig. 8 là sơ đồ mặt cắt ngang của sản phẩm dải băng khác theo đối tượng sáng chế.

Fig. 9 là sơ đồ mặt cắt ngang của sản phẩm dải băng khác theo đối tượng sáng chế.

Fig. 10 là sơ đồ mặt cắt ngang của sản phẩm dải băng khác theo đối tượng sáng chế.

Fig. 11 là sơ đồ mặt cắt ngang của một kết cấu kín hoặc đóng kín bao gồm một vùng chất kết dính theo đối tượng sáng chế.

Fig. 12 là phác đồ độ nhớt nóng chảy so với nhiệt độ cho ví dụ 1.

Fig. 13 là phác đồ độ nhớt nóng chảy so với nhiệt độ cho ví dụ 4.

Fig. 14 là phác đồ độ nhớt nóng chảy so với nhiệt độ cho ví dụ 17.

Fig. 15 là phác đồ Tan(delta) so với nhiệt độ cho các mẫu 29-31 và các đối chứng thương mại.

Fig. 16 là phác đồ mô đun đàn hồi/lưu trữ so với nhiệt độ cho các mẫu 29-31 và các đối chứng thương mại.

Mô tả chi tiết sáng chế

Khi được sử dụng trong sáng chế, các thuật ngữ chẳng hạn "điển hình" không nhằm mục đích giới hạn phạm vi của sáng chế được yêu cầu bảo hộ hoặc ngụ ý rằng các đặc tính nhất định là quan trọng, thiết yếu hoặc thậm chí quan trọng đối với cấu trúc hoặc chức năng của sáng chế được yêu cầu bảo hộ. Thay vào đó, các thuật ngữ

này chỉ nhằm mục đích làm nổi bật các tính năng thay thế hoặc bổ sung có thể hoặc không thể được sử dụng trong phương án cụ thể của sáng chế.

Khi được sử dụng trong sáng chế, thuật ngữ "bao gồm," "gồm có," "có," "chứa," và các biến thể khác của chúng, được dự định là các cụm từ, thuật ngữ hoặc từ chuyển tiếp kết thúc mở không loại trừ khả năng của các hành vi hoặc cấu trúc bổ sung.

Khi được sử dụng trong sáng chế, thuật ngữ "polyme" có thể đề cập đến hợp chất polyme được điều chế bằng cách polyme hóa các monome, cho dù cùng loại hay khác loại. Thuật ngữ chúng "polyme" bao hàm các thuật ngữ "homopolyme," "copolyme", và các thuật ngữ tương tự.

Khi được sử dụng trong sáng chế, thuật ngữ "có thể trộn lẫn về mặt phân tử" có nghĩa là hợp chất hoặc hỗn hợp các hợp chất mà thể hiện các đặc tính ở trạng thái công kênh có thể được quan sát và/hoặc được đo bởi người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật và là biểu thị của trạng thái đơn pha hoặc polyme đơn pha. Thuật ngữ "trạng thái đơn pha" đề cập đến trạng thái hoặc tính chất vật lý đồng nhất hoặc thực chất. Đối với copolyme acrylic, việc quan sát Tg đơn là dấu hiệu của khả năng trộn lẫn phân đoạn của polyme. Tg đơn là trung gian giữa các phân đoạn polyme cấu thành và thay đổi đơn điệu giữa các giá trị này khi lượng tương đối của mỗi phân đoạn thay đổi. Trái ngược với trạng thái pha đơn được chứng minh bằng một hợp chất có thể trộn được phân tử hoặc hỗn hợp các hợp chất, ở một nhiệt độ nhất định, một hợp chất tách pha thể hiện nhiều tập hợp tính chất độc lập có thể quy cho các pha khác nhau của vật chất có trong đó. Tập hợp các tính chất này bao gồm, nhưng không giới hạn, Tg, các thông số về độ hòa tan, chỉ số khúc xạ, và trạng thái vật lý / pha của vật chất. Theo đó, thuật ngữ "được tách pha" được định nghĩa là hai hoặc nhiều chất được phân tách phân tử do một hoặc nhiều tính chất hóa học và / hoặc vật lý phụ thuộc vào, nhưng không giới hạn bởi, độ phân cực, khối lượng phân tử, lượng tương đối của các phân đoạn polyme, và Tg (pha của vật chất).

Bằng chứng về tính không thể trộn lẫn/tính không tương hợp giữa các khối /phân đoạn của một copolyme khối, chẳng hạn copolyme khối ABA, có thể được xác

định thông qua các phép đo lưu biến chẳng hạn phân tích cơ học động (DMA) hoặc đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC) và cấu trúc vi mô được xác định từ kính hiển vi. Các polyme có thể trộn được biểu hiện không có tính không đồng nhất (tức là các polyme đơn pha) trong cấu trúc vi mô của chúng. Mức độ có thể trộn lẫn/có khả năng tương hợp của hỗn hợp polyme có thể được xác định dễ dàng bằng cách đo nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh trong hộp DMA hoặc DSC. Sự có mặt của hai giá trị T_g chỉ ra tính không thể trộn lẫn, trong khi sự có mặt của một giá trị T_g duy nhất chỉ ra hỗn hợp có thể trộn lẫn. Đối với các copolyme khối với các khối không tương thích lẫn nhau, các miền siêu nhỏ được hình thành bởi các khối khác nhau thể hiện các T_g riêng biệt / khác nhau, và đối với các copolyme khối không tương thích, các giá trị T_g riêng biệt cũng được quan sát thấy trong các ô DMA và/hoặc DSC. Ví dụ, đối với các copolyme khối ABA styren và acrylic điển hình, khối A cứng và khối B mềm có các thông số độ hòa tan đủ khác nhau sao cho chúng không tương thích về nhiệt động học với nhau. Kết quả là, Chất kết dính dựa trên copolyme khối có hình thái phân tách vi pha duy nhất, trong đó khối A tạo thành pha cứng được nhúng trong pha mềm, liên tục gồm các khối B. Tức là, kết quả của tính không thể trộn lẫn/tính không tương thích thường xuyên của hai khối có mặt trong copolyme khối ABA thường thể hiện hai sự chuyển hóa thủy tinh riêng biệt (đường cong tan δ có hai đỉnh DMA) ở nhiệt độ rất gần với nhiệt độ của các homopolyme tương ứng. Sự có mặt của axit, tuy nhiên, trong các copolyme khối chẳng hạn P(MMA/MAA)-PBA-P(MMA/MAA) làm tăng T_g của khối cuối cùng và cũng làm tăng sự phân tách pha giữa các miền acrylat mềm và PMMA cứng. Do đó, các copolyme khối có thể biểu hiện các hình thái bao gồm từ vật liệu tách biệt hai pha đến vật liệu đồng nhất một pha.

Các polyme acrylic được dự tính ở đây là các polyme có cấu trúc được hình thành thông qua quá trình gốc tự do có kiểm soát bao gồm chọn các monome mà tạo ra các copolyme khối acrylic đồng nhất (đơn pha) được chứng minh bằng sự có mặt của một đỉnh T_g duy nhất, biểu thị của polyme (đơn pha) đồng nhất trước khi liên kết ngang.

Khi được sử dụng trong sáng chế, thuật ngữ “polyme đồng nhất” là một copolyme khối thực chất có một pha hình thái trong cùng một trạng thái. Ví dụ,

copolymer khối của hai hoặc nhiều phân đoạn trong đó một phân đoạn có thể trộn lẫn với phân đoạn khác được gọi là đồng nhất ở trạng thái lỏng. Hình thái như vậy được xác định bằng kính hiển vi lực nguyên tử (AFM) hoặc kính hiển vi điện tử quét (SEM). Có thể trộn lẫn được hiểu là copolymer khối của hai hoặc nhiều phân đoạn thể hiện trạng thái đơn pha đối với nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh, ví dụ T_g sẽ tồn tại dưới dạng nhiệt độ chuyển tiếp đơn, sắc nét trên vết máy phân tích nhiệt cơ học động (DMTA) của tan δ (tỷ lệ mô đun tổn thất so với mô đun lưu trữ) so với nhiệt độ. Ngược lại, hai nhiệt độ chuyển tiếp riêng biệt sẽ được quan sát cho một copolymer khối không thể trộn lẫn, thường tương ứng với nhiệt độ cho từng phân đoạn riêng lẻ của copolymer khối. Do đó một copolymer khối có thể trộn lẫn khi có một T_g được chỉ rõ trên vết DMTA. Copolymer khối có thể trộn lẫn là đồng nhất, trong khi copolymer khối không thể trộn lẫn là không đồng nhất.

Ngược lại, thuật ngữ “polymer không đồng nhất” có nghĩa là copolymer khối có hai hoặc nhiều pha hình thái trong một trạng thái giống hoặc khác nhau. Ví dụ, copolymer khối của hai phân đoạn trong đó một phân đoạn hình thành các gói rời rạc phân tán trong ma trận của phân đoạn khác được cho là không đồng nhất. Polymer không đồng nhất cũng được định nghĩa là bao gồm các phân đoạn đồng liên tục trong đó các thành phần copolymer khối có thể nhìn thấy riêng biệt, nhưng không rõ đó là pha liên tục và là pha không liên tục. Hình thái như vậy được xác định bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM) hoặc kính hiển vi lực nguyên tử (AFM). Pha liên tục có nghĩa là pha ma trận trong copolymer khối không đồng nhất. Pha không liên tục có nghĩa là pha được phân tán trong copolymer khối không đồng nhất.

DMA được thực hiện trên máy đo lưu biến TA Instruments AR2000 được trang bị kẹp tấm song song. Các mẫu dày 1,0 mm được đặt trong kẹp và ủ ở 70°C trong 10 phút để đảm bảo độ bám dính tốt. Các mẫu sau đó được làm lạnh đến -60°C để bắt đầu quét tạm thời đến 150°C với tốc độ dốc 3°C/phút. Trong khoảng dốc tạm thời, các mẫu được dao động với tần số 10 rad / giây.

Các ví dụ điển hình và không giới hạn về khoảng nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) đối với tiền chất, copolymer khối acrylic, và/hoặc chất kết dính nhạy áp lực của

sáng chế nằm trong khoảng từ 15°C đến -115°C, hoặc từ 0°C đến -80°C, và/hoặc từ -35°C đến -60°C.

Sáng chế được xây dựng dựa trên công việc với các polyme kiến trúc được kiểm soát (CAP) được mô tả trong các đơn sáng chế US 2011/0118372 A1, US 2013/0059971 A1, và US 2014/0329958 A1, nội dung của chúng được đưa vào đây bằng cách tham khảo tính toàn vẹn của chúng. Các chi tiết bổ sung của các polyme kiến trúc được kiểm soát bao gồm các tổng hợp của chúng được mô tả trong các ứng dụng bằng sáng chế được sở hữu chung.

Sáng chế đề cập đến sự tạo ra các chất kết dính mà có thể được hoạt hóa hoặc được liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa. Các chất kết dính bao gồm các polyme kiến trúc được kiểm soát (còn được gọi là "CAP" hoặc copolyme khối acrylic) mà bao gồm một hoặc nhiều nhóm chức dọc theo trục chính polyme mà khi tiếp xúc như vậy có tác dụng liên kết ngang hoặc sự hoạt hóa khác. Thuật ngữ "CAP" và "acrylic copolyme khối" được sử dụng thay đổi cho nhau trong sáng chế. Sáng chế cũng đề cập đến chất kết dính bao gồm các CAP này với các nhóm chức đã được ghi chú. Sáng chế cũng đề cập đến các sản phẩm chứa chất kết dính được chế tạo bởi phương pháp được mô tả trong sáng chế. Ngoài ra, sáng chế đề cập đến thiết bị và hệ thống để chế tạo và/hoặc xử lý chất kết dính và chất trước kết dính.

Trước khi chú ý đến các chi tiết của sáng chế và nhiều phương án của nó, nên xem xét một số thuật ngữ và định nghĩa của chúng khi được sử dụng trong sáng chế. Thuật ngữ "polyme hóa" đề cập đến quá trình phản ứng các monome với nhau trong phản ứng hóa học để tạo ra polyme. Và thuật ngữ "liên kết ngang" đề cập đến quá trình tạo ra các liên kết mà liên kết một chuỗi polyme với một chuỗi polyme khác. Liên kết có thể là liên kết cộng hóa trị hoặc liên kết ion. Thuật ngữ "liên kết ngang" có thể đề cập đến liên kết bản thân nó. Thuật ngữ "hóa cứng" đề cập đến thuật ngữ "liên kết ngang" và được sử dụng thay thế cho nhau.

Trong nhiều phương án của sáng chế đối tượng phương pháp, khi biến đổi các nhóm chức của polyme và liên kết ngang của các chế phẩm nhất định, và đặc biệt là các chế phẩm bao gồm CAP, chất kết dính thu được thể hiện các đặc tính kết dính

nâng cao như độ bền bóc tách và độ bền cắt tương đối cao. Các đặc tính kết dính nâng cao này được cho là ít nhất là một phần kết quả từ (i) phần lớn các liên kết ngang liên quan đến (các) nhóm chức của các polyme được đặt ở hoặc gần đầu cuối của chuỗi polyme, và (ii) sự vắng mặt hoặc chỉ một thiểu số liên kết ngang liên quan đến (các) nhóm chức nằm trong khu vực bên trong của chuỗi polyme. Mạng lưới liên kết ngang từ các phương pháp được mô tả trong sáng chế được gọi là "mạng lưới liên kết cuối mạch tăng cường" hoặc ETLN. Khi được mô tả chi tiết hơn trong tài liệu này, việc hình thành một ETLN cho phép trọng lượng lớp phủ dính thấp hơn, độ nhót thấp hơn và hiệu suất kết dính tốt hơn, trong số những ưu điểm và lợi ích khác. Những khía cạnh này và các khía cạnh khác của phương pháp, chất kết dính dựa trên CAP và ETLN, và các sản phẩm liên quan được mô tả chi tiết hơn trong tài liệu này.

Mặc dù trong nhiều phương án, các phương pháp của đối tượng sáng chế sử dụng chất kết dính bao gồm CAP, nhưng sẽ được hiểu rõ ràng rằng sáng chế cũng bao gồm các phương pháp sửa đổi và liên kết ngang chất kết dính không dựa trên CAP. Những khía cạnh này và các khía cạnh khác của phương pháp, chất kết dính không dựa trên CAP được biến đổi và được liên kết ngang bằng các phương pháp này, và các sản phẩm liên quan được mô tả chi tiết hơn trong tài liệu này.

Nói chung, sáng chế đề xuất chế phẩm bao gồm, chủ yếu gồm, hoặc gồm có tiền chất và chất phản ứng. Tiền chất bao gồm ít nhất một copolyme khối acrylic (còn được gọi là CAP), ít nhất một copolyme khối acrylic bao gồm (i) phân đoạn phản ứng thứ nhất có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát chứa ít nhất một monome có nhóm chức được chọn từ nhóm gồm có nhóm chức tự phản ứng, một nhóm chức phản ứng, một nhóm chức không phản ứng, và các kết hợp của chúng và (ii) phân đoạn thứ hai có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát bao gồm ít nhất một monome có nhóm chức được chọn từ nhóm gồm có một nhóm chức phản ứng, một nhóm chức không phản ứng, và các kết hợp của chúng. Các nhóm chức phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất và phân đoạn thứ hai có thể giống hoặc khác nhau. Các nhóm chức không phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất và phân đoạn thứ hai có thể giống hoặc khác nhau. Ít nhất một trong số các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic có thể trải qua phản ứng chức hóa sau polyme hóa với chất phản ứng để tạo ra

ít nhất một copolyme khối acrylic có thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa. Ít nhất một copolyme khối acrylic không thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa trước phản ứng chức hóa sau polyme hóa. Đáng chú ý là, (i) ít nhất một copolyme khối acrylic không chứa etylen không bão hòa dọc theo trục chính polyme và/hoặc các nhóm phụ, (ii) chất phản ứng chứa ít nhất một trong số liên kết đôi và nhóm chức, nhóm chức có thể phản ứng với ít nhất một trong số nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic, (iii) phản ứng chức hóa sau polyme hóa là phản ứng acryl hóa, và (iv) phản ứng chức hóa sau polyme hóa tạo ra một liên kết etylen không bão hòa trên ít nhất một copolyme khối acrylic, liên kết etylen không bão hòa là liên kết đôi. Tiền chất tạo ra chế phẩm trước kết dính sau khi phản ứng chức hóa sau polyme hóa của ít nhất một copolyme khối acrylic và chất trước kết dính này ít nhất một phần có thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa để tạo ra chất kết dính. Chất kết dính tạo thành có thể là chất kết dính nhạy áp lực. Bức xạ quang hóa là ít nhất một trong số bức xạ tia cực tím và bức xạ chùm điện tử.

Phân đoạn phản ứng thứ nhất và phân đoạn thứ hai được xác định bởi (i) loại monome (tức là, monome tự phản ứng, phản ứng, và không phản ứng) có mặt trong phân đoạn cụ thể và (ii) tỉ lệ của monome không phản ứng trong mỗi phân đoạn. Tiền chất được mô tả ở đây chứa, chủ yếu gồm, hoặc gồm, trong số các đặc điểm khác, copolyme acrylic ba khối có cấu trúc $\{(A)(B)(C)\}-\{(B)(C)\}-\{(C)(B)(A)\}$ hoặc cấu trúc $\{(A)(B)(C)\}-\{(C)\}-\{(C)(B)(A)\}$, hoặc cấu trúc $\{(A)(C)\}-\{(C)\}-\{(C)(A)\}$, hoặc cấu trúc $\{(B)(C)\}-\{(C)\}-\{(C)(B)\}$, trong đó A là ít nhất một monome có nhóm chức tự phản ứng, B là ít nhất một monome có một nhóm chức phản ứng, và C là ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng. Và $\{(A)(B)(C)\}$, $\{(A)(C)\}$, và $\{(B)(C)\}$ là (các) phân đoạn phản ứng thứ nhất trong khi $\{(B)(C)\}$ và $\{(C)\}$ là (các) phân đoạn thứ hai. Có nghĩa là, (các) phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa hoặc gồm có một monome có nhóm chức tự phản ứng, một monome có monome phản ứng, và một monome không phản ứng hoặc (các) phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa hoặc gồm một monome có nhóm chức tự phản ứng, và một monome có một nhóm chức không phản ứng, hoặc (các) phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa hoặc gồm một monome có một nhóm chức phản ứng, và một monome có một nhóm chức không phản ứng, trong khi

phân đoạn phản ứng thứ hai chứa hoặc gồm một monome có một nhóm chức phản ứng và một monome có một nhóm chức không phản ứng hoặc phân đoạn phản ứng thứ hai chứa hoặc gồm chỉ một monome có một nhóm chức không phản ứng. Ít nhất một monome có một nhóm chức phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất và ít nhất một monome có một nhóm chức phản ứng trong phân đoạn thứ hai có thể cùng loại monome hoặc khác loại monome. Ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất và ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng trong phân đoạn thứ hai có thể cùng loại monome hoặc khác loại monome. Phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa khoảng 40% đến 99%, hoặc từ 45% đến 99%, hoặc từ 50% đến 99%, hoặc từ 55% đến 99%, hoặc từ 60% đến 99%, hoặc từ 65% đến 99%, hoặc từ 70% đến 99%, hoặc từ 75% đến 99%, hoặc từ 80% đến 99%, hoặc từ 85% đến 99%, hoặc từ 90% đến 99%, hoặc từ 95% đến 99% theo khối lượng của một hoặc nhiều monome không phản ứng. Phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa khoảng 40% đến 99%, hoặc từ 45% đến 99%, hoặc từ 50% đến 99%, hoặc từ 55% đến 99%, hoặc từ 60% đến 99%, hoặc từ 65% đến 99%, hoặc từ 70% đến 99%, hoặc từ 75% đến 99%, hoặc từ 80% đến 99%, hoặc từ 85% đến 99%, hoặc từ 90% đến 99%, hoặc từ 95% đến 99% theo khối lượng của một hoặc nhiều monome của phân đoạn phản ứng thứ hai.

Tiền chất được mô tả trong sáng chế chứa, chủ yếu gồm, hoặc gồm, trong số các đặc điểm khác, copolyme acrylic hai khối có cấu trúc $\{(A)(B)(C)\}-\{(B)(C)\}$ hoặc cấu trúc $\{(A)(C)\}-\{(C)\}$ hoặc cấu trúc $\{(B)(C)\}-\{(C)\}$, trong đó A là ít nhất một monome có nhóm chức tự phản ứng, B là ít nhất một monome có một nhóm chức phản ứng, và C là ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng. Và $\{(A)(B)(C)\}$ và $\{(A)(C)\}$, và $\{(B)(C)\}$ là (các) phân đoạn phản ứng thứ nhất trong khi $\{(B)(C)\}$ và $\{(C)\}$ là (các) phân đoạn thứ hai. Có nghĩa là, (các) phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa hoặc gồm một monome có nhóm chức tự phản ứng, một monome có một nhóm chức phản ứng, và một monome có một nhóm chức không phản ứng hoặc (các) phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa hoặc gồm một monome có nhóm chức tự phản ứng và một monome có một nhóm chức không phản ứng hoặc (các) phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa hoặc gồm một monome có một nhóm chức phản ứng và một

monome có một nhóm chức không phản ứng, trong khi phân đoạn thứ hai chứa hoặc gồm một monome có một nhóm chức phản ứng và một monome có một nhóm chức không phản ứng hoặc phân đoạn thứ hai chứa hoặc gồm chỉ một monome có một nhóm chức không phản ứng. Ít nhất một monome có một nhóm chức phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất và ít nhất một monome có một nhóm chức phản ứng trong phân đoạn thứ hai có thể cùng loại monome hoặc khác loại monome. Ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất và ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng trong phân đoạn thứ hai có thể cùng loại monome hoặc khác loại monome. (Các) phân đoạn phản ứng thứ nhất bao gồm khoảng từ 40% đến 99%, hoặc từ 45% đến 99%, hoặc từ 50% đến 99%, hoặc từ 55% đến 99%, hoặc từ 60% đến 99%, hoặc từ 65% đến 99%, hoặc từ 70% đến 99%, hoặc từ 75% đến 99%, hoặc từ 80% đến 99%, hoặc từ 85% đến 99%, hoặc từ 90% đến 99%, hoặc từ 95% đến 99% theo khối lượng của một hoặc nhiều monome không phản ứng. (Các) phân đoạn phản ứng thứ nhất bao gồm khoảng từ 40% đến 99%, hoặc từ 45% đến 99%, hoặc từ 50% đến 99%, hoặc từ 55% đến 99%, hoặc từ 60% đến 99%, hoặc từ 65% đến 99%, hoặc từ 70% đến 99%, hoặc từ 75% đến 99%, hoặc từ 80% đến 99%, hoặc từ 85% đến 99%, hoặc từ 90% đến 99%, hoặc từ 95% đến 99% theo khối lượng của một hoặc nhiều monome của phân đoạn thứ hai. Thuật ngữ “nhóm chức phản ứng” đề cập đến nhóm chức có khả năng phản ứng với nhóm chức khác. Thuật ngữ “nhóm chức tự phản ứng” đề cập đến nhóm chức có khả năng phản ứng với (i) nhóm chức tự phản ứng thứ hai giống hệt, (ii) nhóm chức tự phản ứng thứ hai khác và/hoặc (iii) với một nhóm chức phản ứng. Có nghĩa là, nhóm chức tự phản ứng có thể phản ứng với nhóm chức tự phản ứng giống hệt khác, với nhóm chức tự phản ứng khác khác nó, và/hoặc với một nhóm chức phản ứng. Nhóm chức tự phản ứng có khả năng polyme hóa chính bản thân nó. Ví dụ không giới hạn về nhóm chức tự phản ứng được chọn từ nhóm gồm có silyl, silan, anhydrit, epoxy, alkoxymetylol, các ete vòng, các nhóm axetoaxetyl, isoxyanat, các este vòng, và mercapto (thiol). Ví dụ không giới hạn về nhóm chức phản ứng được chọn từ nhóm gồm có hydroxyl, carboxyl, carbonyl, este carbonat, isoxyanat, epoxy, vinyl, amin, amit, imit, anhydrit, mercapto (thiol), axit, acrylamit, các nhóm axetoaxetyl, alkoxymetylol, các nhóm ete vòng, và các kết hợp của chúng.

Polyme kiến trúc được kiểm soát (CAP)

Trong các phương án cụ thể, bức xạ quang hóa có thể hóa cứng và có thể liên kết ngang các chất kết dính của sáng chế được tạo ra từ các polyme kiến trúc có kiểm soát. Trong nhiều phương án, polyme là polyme acrylic.

Trong nhiều phương án của sáng chế, bức xạ quang hóa có thể hóa cứng và có thể liên kết ngang chất kết dính bao gồm các polyme kiến trúc được kiểm soát có một hoặc nhiều nhóm chức phản ứng được kết hợp vào các khối hoặc các vùng chọn lọc của polyme ở nồng độ được chỉ định trong các vùng này. Như đã lưu ý, trong nhiều phương án polyme là polyme acrylic.

Các monome và comonome có thể polyme hóa được dự tính ở đây có thể bao gồm như nhóm chức phản ứng các nhóm acrylonitril, các nhóm acrylamit, các nhóm metacrylamit, các nhóm vinyl este, các nhóm vinyl ete, các nhóm vinyl amit, các nhóm vinyl keton, các nhóm styren, các nhóm chứa halogen, các nhóm ion, các nhóm chứa axit, các nhóm chứa bazơ, các nhóm olefin, các nhóm silan, các nhóm epoxy, các nhóm hydroxyl, các nhóm anhydrit, và hỗn hợp của hai hoặc nhiều nhóm này. Các nhóm cũng được dự tính gồm có các nhóm silyl, các nhóm carboxyl, các nhóm carbonyl, các nhóm este carbonat, các nhóm isoxyanato, các nhóm amino, các nhóm amit, các nhóm imit, các nhóm mercapto, và các nhóm axetoaxetyl trong kết hợp bất kỳ và/hoặc trong kết hợp với một hoặc nhiều nhóm bất kỳ đã nêu ở trên.

Các nhóm acrylonitril có thể gồm acrylonitril và acrylonitril được thế alkyl. Các nhóm alkyl thường chứa từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon, và trong một phương án từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, và trong một phương án khác từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon. Ví dụ gồm có metacrylonitril và etacrylonitril.

Các nhóm acrylamit có thể gồm acrylamit và các dẫn xuất của nó bao gồm alkyl được thế N và các dẫn xuất aryl của nó. Các dẫn xuất này gồm N-metyl acrylamit, N,N-dimetyl acrylamit, t-octyl acrylamit, N-aminoetyl acrylat, N-aminoetyl metacrylat, và các chất tương tự.

Các nhóm metacrylamit có thể gồm metacrylamit và các dẫn xuất của nó bao gồm alkyl được thế N và các dẫn xuất aryl của nó.

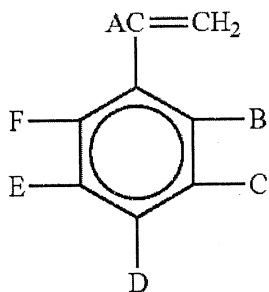
Các nhóm vinyl este có thể gồm vinyl axetat, vinyl propionat, vinyl butyrat, vinyl valerat, vinyl versitat, vinyl isobutytrat, và các chất tương tự.

Các nhóm vinyl ete có thể gồm các vinyl ete có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon gồm có etylvinyl ete, butylvinyl ete, 2-etylhexylvinyl ete, và các chất tương tự.

Các nhóm vinyl amit có thể gồm các vinyl amit có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon gồm có vinyl pyrrolidon, và các chất tương tự.

Các nhóm vinyl keton có thể gồm các vinyl keton có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon gồm có etylvinyl keton, butylvinyl keton, và các chất tương tự.

Các nhóm styren có thể gồm styren, inden, và các styren được thế được biểu diễn bởi công thức (I):



(I)

trong đó mỗi A, B, C, D, E và F độc lập được chọn từ hydro, các nhóm C1 đến C4 alkyl hoặc alkoxy (đặc biệt là nhóm metyl hoặc metoxy,) nhóm halogen (đặc biệt là clo), thio, xyano, carboxylic axit hoặc este, hoặc các nhóm alkyl được flo hóa có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon. Ví dụ gồm có metyl styren (đôi khi còn gọi là vinyl toluen), alpha-metyl styren, divinylbenzen, clostyren, clometyl styren, và các chất tương tự.

Các nhóm chứa halogen có thể gồm vinyl clorua, vinyl bromua, vinyl florua, vinyliden clorua, vinyliden bromua, vinyliden florua, các monome propylen được thế halogen, và các chất tương tự, với vinyl bromua và vinyliden clorua là được ưu tiên.

Các nhóm ion có thể gồm natri vinyl sulfonat, natri styren sulfonat, natri metallyl sulfonat, natri acrylat, natri metacrylat, và các chất tương tự, với natri vinyl sulfonat, natri styren sulfonat và natri metallyl sulfonat là được ưu tiên.

Các nhóm chứa axit có thể gồm các axit carboxylic không bão hòa chứa từ 3 đến 20 nguyên tử cacbon. Các nhóm được ưu tiên gồm có axit acrylic, axit metacrylic, axit vinyl sulfonic, axit itaconic, beta carboxyl etyl acrylat, mono-2-acryloxypropyl succinat, và các chất tương tự.

Các nhóm chứa bazơ có thể gồm vinyl pyridin và các chất tương tự.

Các nhóm olefin có thể gồm isopren, butadien, các alpha-olefin mạch thẳng hoặc mạch nhánh từ C2 đến C8 chẳng hạn etylen, propylen, butylen, isobutylen, diisobutylen, 4-metyl penten-1, 1-buten, 1-hexen, 1-octen, và các chất tương tự.

Các nhóm silan có thể gồm vinyltrimetoxysilan, vinyltriethoxysilan, vinyltripropoxysilan, vinylmetyldimetoxysilan, vinylmetyldiethoxy-silan, vinylmetyldipropoxysilan, γ -metacryloxypropyl-trimetoxysilan, γ -metacryloxypropyltriethoxysilan, γ -metacryloxypropyl-tripropoxysilan, γ -metacryloxydimetoxysilan, γ -metacryloxypropyl-metyldimetoxysilan, γ -metacryloxypropylmetyldiethoxysilan, γ -metacryl-oxypropylmetyldipropoxysilan, γ -metacryloxymetyl-dimetoxysilan, γ -metacryloxymetyltrimetoxysilan, γ -metacryloxymetyl-triethoxy-silan, (metacryloxymetyl) metyldimetoxysilan, (metacryloxymetyl)-metyldiethoxysilan, γ -metacryloxypropyltriaethoxysilan, γ -acryloxypropyltrimethoxy-silan, γ -acryloxypropyltriethoxy-silan, γ -metacryloxymetyldiethoxysilan, γ -acryloxypropyltripropoxy-silan, γ -acryloxypropylmetyldimetoxysilan, γ -acryloxypropylmetyldiethoxysilan, γ -acryloxypropylmetyldipropoxysilan, và các chất tương tự.

Các nhóm epoxy có thể gồm ví dụ, glycidyl metacrylat và glycidal acrylat.

Các nhóm hydroxyl có thể gồm ví dụ hydroxy etyl acrylat, hydroxyl etyl metacrylat, hydroxyl isopropyl acrylat, hydroxyl isopropyl metacrylat, hydroxyl butyl acrylat, hydroxyl butyl metacrylat và các chất tương tự.

Các nhóm anhydrit có thể gồm ví dụ anhydrit maleic, anhydrit itaconic, anhydrit xitraconic và các chất tương tự.

Ngoài monome có (các) nhóm chức, phân đoạn phản ứng có thể bao gồm ít nhất một monome có công thức (II):



trong đó R_3 là H hoặc CH_3 và R_4 là nhóm alkyl bão hòa mạch nhánh hoặc không nhánh có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon. Phân đoạn phản ứng có thể thay hoặc bao gồm bổ sung ít nhất một monome có công thức (III):



trong đó R là H hoặc CH_3 và X là hoặc chứa nhóm chức có khả năng liên kết ngang.

Nhóm chức phản ứng ưu tiên điển hình được kết hợp trong các polyme được mô tả trong sáng chế gồm có, nhưng không giới hạn bởi, axit acrylic, axit 2-metacryloxyetylphthalic (PAMA), và các kết hợp của chúng. Sẽ được hiểu rõ rằng một loạt nhóm chức phản ứng khác có thể được sử dụng thay thế hoặc kết hợp với bất kỳ nhóm vào trong các nhóm chức phản ứng này.

Như đã lưu ý ở trên, dựa trên sự liên kết ngang của chất kết dính của sáng chế và sự hình thành mạng lưới polyme được liên kết cuối mạch tăng cường, chất kết dính tăng cường tạo thành thể hiện một số tính chất mà ít nhất có thể so sánh với, và trong nhiều trường hợp vượt trội so với, các tính chất của các chất kết dính sử dụng mạng lưới polyme được liên kết ngang ngẫu nhiên thông thường. Fig. 1 là sơ đồ minh họa mô tả một polyme thông thường gồm có nhóm chức phản ứng khác nhau và khi tiếp xúc với bức xạ tia cực tím, tạo thành một mạng lưới được liên kết ngang ngẫu nhiên

thông thường. Trong Fig. 1, các nhóm chức khác nhau được biểu diễn dưới dạng sơ đồ bởi các đoạn thẳng đứng nằm dọc theo chuỗi polyme hoặc trục chính mà được thể hiện bởi các đoạn thẳng nằm ngang. Khi liên kết ngang, liên kết ngang liên quan đến các vùng bên trong của các polyme do kết quả của nhiều nhóm chức được đặt ở các vùng bên trong đó. Fig. 2 là sơ đồ minh họa các polyme kiến trúc được kiểm soát (CAP) và khi tiếp xúc với bức xạ tia cực tím, tạo thành mạng lưới được liên kết cuối mạch tăng cường theo đối tượng sáng chế. Các CAP gồm có các nhóm chức khác nhau được định vị chủ yếu ở hoặc gần các đầu cuối của các polyme. Do đó, khi liên kết ngang, mạng lưới hình thành được đặc trưng bởi các liên kết ngang chủ yếu ở đầu cuối của các polyme, và sự vắng mặt hoặc một mức độ tương đối nhỏ của các liên kết ngang có liên quan đến các vùng bên trong của các polyme.

Các mạng polyme tạo thành có ảnh hưởng và trong nhiều khía cạnh xác định tính chất vật lý của chất kết dính tạo thành. Fig. 3 là sơ đồ minh họa một mạng lưới liên kết ngẫu nhiên thông thường và, khi kết hợp trong chất kết dính, đặc tính kết dính điển hình liên quan đến mạng lưới này. Fig. 4 là sơ đồ minh họa mạng lưới được liên kết cuối mạch tăng cường và, khi kết hợp trong chất kết dính, đặc tính kết dính điển hình liên quan đến mạng lưới này trong chất kết dính theo đối tượng sáng chế. Trong khi các biểu đồ trong Fig. 3 và 4 không chứa các giá trị trên trục y, mỗi biểu đồ được thể hiện với cùng tỉ lệ. Theo đó, polyme nối mạng lưới được tạo ra nhờ các polyme kiến trúc có kiểm soát và được mô tả trong Fig. 4 thể hiện cả độ bền bóc tách (pao trên mỗi inso tuyến tính) và độ bền cắt (phút) được cải thiện khi được so sánh với mạng lưới liên kết ngẫu nhiên được mô tả trong Fig. 3.

Các polyme kiến trúc không được kiểm soát (không-CAP)

Trong một số phương án, bức xạ quang hóa có thể hóa cứng và có thể liên kết ngang các chất kết dính theo sáng chế được tạo ra từ các polyme không phải là các polyme kiến trúc được kiểm soát, hoặc còn được gọi là "không-CAP." Các chất kết dính này không chứa hoặc về cơ bản không chứa các polyme kiến trúc được kiểm soát.

Trong nhiều ứng dụng liên quan đến các chất kết dính trên cơ sở không-CAP, polyme là polyme acrylic hoặc polyme alkyl acrylat.

Các alkyl acrylat và alkyl metacrylat được sử dụng trong sáng chế gồm có các nhóm alkyl mạch thẳng, các nhóm alkyl mạch nhánh, hoặc các nhóm alkyl mạch vòng và, trong nhiều phương án chứa từ 1 đến 24 nguyên tử cacbon. Trong các phương án cụ thể, nhóm alkyl group chứa từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon.

Trong một phương án cụ thể, các monome alkyl acrylat hoặc alkyl metacrylat có từ 4 đến 8 nguyên tử cacbon. Các monome này thường có sẵn trên thị trường dưới dạng hóa chất thương phẩm và ít tốn kém hơn các alkyl acrylat và metacrylat mạch dài. Chúng cũng có xu hướng tạo ra copolyme có sự cân bằng tốt về độ dính và độ bóc tách.

Các alkyl acrylat và alkyl metacrylat điển hình, nhưng không giới hạn, có thể sử dụng trong thực hiện sáng chế bao gồm methyl acrylat, ethyl acrylat, n-propyl acrylat, isopropyl acrylat, n-butyl acrylat, isobutyl acrylat, n-amyl acrylat, isoamyl acrylat, n-hexyl acrylat, isohexyl acrylat, cyclohexyl acrylat, isooctyl acrylat, 2-ethylhexyl acrylat, dodecyl acrylat, lauryl acrylat, stearyl acrylat, isobornyl acrylat, và hỗn hợp của chúng, cũng như là các monome metacrylat tương tự. Tuy nhiên, sẽ được hiểu rõ rằng, các alkyl metacrylat thường tạo ra các polyme có T_g cao hơn so với các đồng phân acrylat của chúng. Do đó, khi alkyl metacrylat được sử dụng, chúng được dung chỉ với lượng nhỏ. Theo nguyên tắc chung, các alkyl methacrylat chiếm không quá 15% tổng trọng lượng của tất cả các monome.

Các polyme không-CAP gồm có một hoặc nhiều nhóm chức phản ứng như được mô tả trong sáng chế liên quan đến các CAP. Tuy nhiên, một hoặc nhiều nhóm chức phản ứng có thể có mặt dọc theo chuỗi hoặc trực tiếp chính polyme theo cách không được kiến trúc hoặc ngẫu nhiên hoặc không theo trật tự.

Các ví dụ điển hình và không giới hạn về phạm vi nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) đối với các polyme không-CAP thường nằm trong khoảng từ -60°C đến -

35°C. Tuy nhiên, sẽ được hiểu rõ rằng các polyme của sáng chế có thể thể hiện Tg nằm ngoài phạm vi này chẳng hạn nhỏ hơn -60°C và/hoặc lớn hơn -35°C.

Cũng được dự tính rằng sáng chế gồm có các kết hợp hoặc hỗn hợp của các CAP và không-CAP.

Chất trước kết dính và chất kết dính

Sau khi biến đổi các nhóm chức trong các polyme để làm cho các nhóm có thể kích hoạt dưới bức xạ quang hóa và cụ thể hơn là có thể kích hoạt dưới bức xạ tia cực tím, các polyme có thể được kết hợp vào các chế phẩm kết dính và/hoặc trước kết dính.

Như đã lưu ý, sáng chế đề xuất chế phẩm trước kết dính mà khi kích hoạt, trải qua sự liên kết ngang để tạo ra chất kết dính có các tính chất và/hoặc đặc tính đặc biệt. Trong nhiều phương án, chế phẩm trước kết dính gồm có CAP mà khi kích hoạt, trải qua sự liên kết ngang để tạo ra chất kết dính có các tính chất và/hoặc đặc tính nhất định.

Cụ thể hơn, trong nhiều phương án, bức xạ quang hóa có thể kích hoạt và có thể liên kết ngang các chất kết dính gồm có các polyme kiến trúc được kiểm soát hoặc CAP. Trong nhiều phương án của sáng chế, CAP là các CAP được mô tả trong một hoặc nhiều đơn đăng ký sáng chế được sở hữu bởi chủ đơn gồm có US 2011/0118372; US 2013/0059971; và US 2014/0329958. Chi tiết về các polyme ở phương án cụ thể được cung cấp ở đây. Tuy nhiên, sẽ được hiểu rõ rằng sáng chế bao gồm việc sử dụng bất kỳ polyme nào được mô tả trong các đơn đăng ký sáng chế này.

Trong một số phương án, ít nhất một trong số tiền chất và chất trước kết dính được mô tả ở trên thể hiện độ nhớt nằm trong khoảng từ 1.000 cps đến 80.000 cps ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 180°C. Trong một số phương án cụ thể, ít nhất một trong số tiền chất và chất trước kết dính thể hiện độ nhớt nằm trong khoảng từ 30.000 cps đến 40.000 cps ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 140°C. Trong các phương án khác, ít nhất một trong số tiền chất và chất trước kết dính thể hiện độ nhớt nằm trong khoảng từ 40.000 cps đến 50.000 cps ở nhiệt độ nằm trong

khoảng từ 120°C đến 140°C. Và, trong các phương án khác, ít nhất một trong số tiền chất và chất trước kết dính thể hiện độ nhớt nằm trong khoảng từ 1.000 cps đến 15.000 cps ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 130°C.

Điều này sẽ được hiểu rằng sáng chế không bị giới hạn theo bất cứ cách thức nào đối với chất kết dính hoặc chất trước kết dính biểu hiện những độ nhớt đặc biệt này. Người ta cũng dự tính rằng sáng chế có thể bao gồm ít nhất một trong số tiền chất và chất trước kết dính thể hiện các độ nhớt này ở nhiệt độ nhỏ hơn 110°C, và/hoặc ở nhiệt độ lớn hơn 180°C. Hơn nữa, người ta cũng dự tính rằng sáng chế có thể đề xuất ít nhất một trong số tiền chất và chất trước kết dính mà thể hiện độ nhớt nhỏ hơn 1.000 cps và/hoặc lớn hơn 80.000 cps ở một loạt các nhiệt độ.

Trong một số phương án, các chế phẩm kết dính và/hoặc chế phẩm trước kết dính của sáng chế có thể bao gồm một hoặc nhiều chất khởi đầu bức xạ quang hóa. Mặc dù không muốn bị ràng buộc bởi bất kỳ lý thuyết cụ thể, người ta cho rằng trong nhiều phương án của sáng chế, (các) chất khởi đầu, khi được chiếu xạ bằng bức xạ quang hóa và đặc biệt là tia cực tím, bị kích thích đến trạng thái năng lượng cao hơn và hất một nguyên tử hydro từ một nhóm chức trên polyme, tạo ra một gốc tự do có sẵn cho phản ứng tiếp theo, chẳng hạn ví dụ liên kết ngang bổ sung gốc tự do với một chuỗi polyme hoặc nhóm chức năng khác trên polyme. Tuy nhiên, sẽ được hiểu rõ rằng sáng chế bao gồm việc sử dụng gần như bất kỳ loại chất khởi đầu nào và không giới hạn ở những loại hút nguyên tử hydro trừu tượng. Ví dụ, một loạt các chất khởi đầu được biết là phân hủy hoặc phân tách thành các gốc tự do khi tiếp xúc với ánh sáng, và đặc biệt hơn là bức xạ tia cực tím.

Một loạt các sáng kiến được biết đến và có khả năng có thể được kết hợp trong chất kết dính và chất trước kết dính của sáng chế, gồm có benzophenon, axetophenon, axyl phosphin, thioxanthon, các dẫn xuất của các hợp chất này, và các hợp chất tương tự. Mỗi hợp chất hoạt động như một chất quang hóa bằng cách hấp thụ năng lượng trong vùng UV của phổ điện từ.

Một số loại chất quang hóa hấp thụ trong vùng UV gần của quang phổ được biết đến, gồm có chất quang hóa loại axylphosphin oxit, chất quang hóa loại

benzophenon dịch chuyển đỏ, và chất quang hóa loại thioxanthon. Nhiều chất trong số các chất quang hóa này phù hợp để sử dụng với chế phẩm của sáng chế.

Chất quang hóa loại axylphosphin oxit có sẵn thương mại gồm có "Lucirin TPO" (2,4,6-trimetylbenzoyldiphenylphosphin oxit) và "Lucirin TPO-L" (chất lỏng), được bán bởi BASF, và "BAPO" (bis 2,6-dimetoxybenzoyl-2,4-trimetylpentylphosphin oxit), được bán bởi Ciba.

Chất gọi là " chất quang hóa loại benzophenon dịch chuyển đỏ " là các dẫn xuất benzophenon trong đó một hoặc nhiều nguyên tử hydrogen được thay thế bằng một hoặc các nhóm chức mà gây ra sự dịch chuyển đỏ (hướng về phía bước sóng dài hơn) trong quang phổ hấp thụ tia cực tím của phân tử, khi được so sánh với quang phổ hấp thụ tia cực tím của benzophenon. Một ví dụ là "QUANTACURE BMS" (4-benzoyl-4'-metyldiphenylsulfua).

Chất quang hóa loại thioxanthon có sẵn thương mại gồm có "Quantacure ITX," được cho là hỗn hợp của các đồng phân 2-isopropyl- và 4-isopropylthioxanthon.

Các chất quang hóa thích hợp khác có thể được xác định bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật và được sử dụng trong sáng chế. Hơn nữa, nếu chất kết dính được kết hợp mà không có chất nhuộm, các chất quang hóa hấp thụ ở bước sóng UV ngắn hơn có thể được sử dụng, gồm có các chất quang hóa ít đắt, đơn giản hơn chẳng hạn axetophenon, benzil, benzophenon, quinon, và thioxanthon không được thế.

Tổng lượng chất khởi đầu được bổ sung vào polyme trong quá trình điều chế chất kết dính hoặc chất trước kết dính phụ thuộc vào nhiều yếu tố, gồm có lượng chất nhuộm và/hoặc các chất khác được bổ sung, khối lượng phủ (độ dày) của chất kết dính trên chất nền, tốc độ tạo mạng trong quá trình hóa cứng, và loại và chi phí của các chất khởi đầu được sử dụng. Trong nhiều phương án, chất khởi đầu là thành phần trong chất kết dính. Do đó, người ta thường mong muốn giảm thiểu lượng chất khởi đầu được bổ sung vào polyme, miễn là đủ chất khởi đầu được bao gồm để đạt được các tính chất cuối cùng mong muốn của chế phẩm tạo thành.

Trong một số phương án của sáng chế, chất nhuộm hoặc (các) chất tạo màu khác được bổ sung vào chế phẩm, thường trước khi liên kết ngang, để làm cho chất kết dính mờ đục, và/hoặc để truyền màu cho chất kết dính. Các chất nhuộm làm mờ đục chẳng hạn ví dụ titan dioxit thường được bổ sung bằng công nghiệp phủ chính xác bởi vì hiệu quả ẩn cao của chúng. Tuy nhiên, sự có mặt của chúng thường cản trở liên kết ngang bắt đầu từ tia cực tím của polyme kết dính. Trong sáng chế, tuy nhiên, các chất khởi đầu mà hấp thụ trong vùng UV gần của quang phổ có thể được sử dụng bởi các chế phẩm được nhuộm màu (cũng như là không được nhuộm), bằng cách đó tránh được sự cản trở liên kết ngang bắt đầu từ tia cực tím của chất kết dính.

Lượng chất nhuộm được bổ sung vào polyme được hóa hợp trong một công thức nhất định, như lượng chất khởi đầu, phụ thuộc vào một số yếu tố, gồm có mức độ mờ đục mong muốn, mức độ hóa cứng mong muốn, mặc dù các chất độn khác có mặt, loại và lượng chất quang hóa có mặt, và sự cân nhắc về chi phí.

Đối với sáng chế, trong đó chất kết dính được nhuộm màu hoặc các chế phẩm trước kết dính được sử dụng, sự liên kết ngang khởi đầu từ tia cực tím có thể được tạo điều kiện thuận lợi bằng cách giảm lượng titan dioxit hiện tại (hoặc chất nhuộm khác) và/hoặc tăng lượng chất khởi đầu. Tuy nhiên, như một vấn đề thực tế, tải trọng chất nhuộm trên khoảng 15 phần chất nhuộm trên một trăm phần polyme (hoặc, nếu copolyme dính, khoảng 15 phần chất nhuộm trên 100 phần polyme cộng với chất dính) ít được ưa thích hơn tải trọng chất nhuộm thấp hơn. Chế phẩm kết dính nhạy áp lực, được liên kết ngang được khởi đầu từ tia cực tím có độ bền dính cao có thể được điều chế theo sáng chế với tải trọng chất nhuộm cao hơn, nhưng đòi hỏi nồng độ chất khởi đầu cao hơn (và đắt hơn) và/hoặc thời gian liên kết ngang dài hơn.

Trong một số phương án, chế phẩm kết dính hoặc chế phẩm trước kết dính được chế tạo với chất nhuộm có màu (không phải màu trắng).

Thông thường, các chất nhuộm màu vàng và đỏ không can thiệp đáng kể vào các chất quang hóa hấp thụ trong vùng tia cực tím. Vì vậy, các chất kết dính được kết hợp với các chất nhuộm như vậy có thể được liên kết ngang bởi tia cực tím với độ bền dính cao bằng cách sử dụng các chất quang hóa, kích hoạt tia cực tím. Các chất nhuộm

màu xanh lam có xu hướng hấp thụ mạnh trong ít nhất một phần của vùng gần tia cực tím. Tuy nhiên, bằng cách giảm thiểu lượng chất nhuộm màu xanh lam được bổ sung, chất kết dính liên kết ngang bởi tia cực tím có thể được điều chế theo cách được mô tả trong sáng chế.

Ngoài chất nhuộm và (các) chất khởi đầu, trong một số phương án, chất kết dính hoặc chất trước kết dính còn được hóa hợp với chất dính. Trong một số phương án chẳng hạn nếu chất kết dính là chất kết dính nhạy áp lực, chất dính có thể được bổ sung để cải thiện độ dính của chất kết dính nhạy áp lực.

Một loại chất dính, nhiều trong số đó được biết đến trong công nghiệp, có thể được sử dụng trong thực tiễn của sáng chế. Các ví dụ điển hình, không giới hạn của các chất dính này gồm có nhựa hydrocarbon và nhựa côlôphan. Các chất dính này gồm có, nhưng không giới hạn bởi, côlôphan và các dẫn xuất côlôphan gồm có các nguyên liệu côlôphan xuất hiện tự nhiên trong nhựa dầu của cây thông, cũng như là các dẫn xuất của nó gồm có các este côlôphan, côlôphan được biến đổi chẳng hạn côlôphan được phân tách, được hydro hóa, được khử hydro, và được polyme hóa, các este côlôphan được biến đổi và các chất tương tự. Thông thường, có đến 45 phần chất dính trên một trăm phần polyme được bổ sung. Tuy nhiên, sẽ được hiểu rõ rằng sáng chế bao gồm việc sử dụng các lượng chất dính ít hơn và/hoặc nhiều hơn.

Một loạt các chất dính có sẵn thương mại gồm có, nhưng không giới hạn bởi, Foral® 85 (glyxerol este của côlôphan được ổn định hóa cao), Foral® 105 (pentaerythritol este của côlôphan được hydro hóa), Stabilite este 10, và Pentalyn® H, được sản xuất và được bán bởi Hercules, Inc., PE Estegum và các chất tương tự, được sản xuất bởi Arizona Chemical Co., và Sylvatac® 40N, Sylvatac® RX, Sylvatac® 95 và các chất tương tự, được sản xuất bởi Sylvachem Corporation.

Cũng có thể sử dụng nhựa terpen như là chất dính, là các hydrocarbon có công thức $C_{10}H_{16}$, xuất hiện trong hầu hết các loại tinh dầu và nhựa dầu của thực vật, và nhựa terpen được biến đổi phenol như alpha pinen, beta pinen, dipenten, limonen, myrecen, bornylen, camphen, và các chất tương tự. Các nhựa hydrocarbon béo khác như Escorez™ 1304, được sản xuất bởi Exxon Chemical Co., và nhựa hydrocarbon

thơm dựa trên C9's, C5's, dicyclopentadien, coumaron, inden, styren, styren được thể và các dẫn xuất styren và các chất tương tự cũng có thể được sử dụng.

Các nhựa được hydro hóa và được hydro hóa một phần chẳng hạn Regalrez™ 1018, Regalrez™ 1033, Regalrez™ 1078, Regalrez™ 1094, Regalrez™ 1126, Regalrez™ 3102, Regalrez™ 6108, v.v., được sản xuất bởi Hercules Corporation, có thể được sử dụng làm chất dính trong sáng chế. Các nhựa terpen phenol khác thuộc loại SP 560, được sản xuất và được bán bởi Schenctady Chemical Inc., Nirez 1100, được sản xuất và được bán bởi Reichold Chemical Inc., và Piccolyte® S-100, được sản xuất và được bán bởi Hercules Corporation, là các chất dính đặc biệt hữu dụng đối với sáng chế. Hơn nữa, các nhựa thơm và béo hỗn hợp khác, chẳng hạn Hercotex AD 1100, được sản xuất và được bán bởi Hercules Corporation, cũng có thể được sử dụng làm chất dính.

Ngoài ra, các chế phẩm kết dính có thể hóa cứng và có thể liên kết ngang bởi bức xạ quang hóa có thể chứa một hoặc nhiều chất ức chế. Một chất chống muối gốc tự do có thể tồn tại độc lập có thể có mặt để ngăn ngừa sự keo hóa sớm, trong quá trình lưu trữ hoặc chuẩn bị để phủ, đặc biệt trong trường hợp các chế phẩm kết dính nóng chảy. Các chất ức chế bao gồm các hợp chất phenol là một loại vật liệu như vậy có thể được sử dụng trong sáng chế, gồm có, ví dụ, 4-metoxyphenol (MEHQ, methyl ete của hydroquinon), hydroquinon, 2-metylhydroquinon, 2-t-butylhydroquinon, t-butyl catechol, hydroxy toluen được butyl hóa, và hydroxy anisol được butyl hóa và các chất tương tự và các kết hợp của chúng. Các chất ức chế khác có thể được sử dụng gồm có các chất ức chế phenothiazin và anaerobic, chẳng hạn các chất ức chế loại NPAL (muối nhôm tris-(N-nitroso-N-phenylhydroxylamin)) từ Albemarle Corporation, Baton Rouge, La. Sự kết hợp của các chất ức chế có thể được sử dụng.

Các chất kết dính hoặc chất trước kết dính của sáng chế có thể còn bao gồm một hoặc nhiều chất phụ gia thông thường chẳng hạn chất độn, chất dẻo hóa, chất pha loãng, và các chất tương tự. Sự kết hợp của một hoặc nhiều các thành phần này có thể được sử dụng gồm có sự kết hợp với chất nhuộm và/hoặc chất kết dính. Nếu mong

muốn, chất pha loãng chẳng hạn chất dẻo hóa có thể được bổ sung vào vị trí của một phần chất dính để thay đổi các tính chất và độ bền dính.

Thông thường, các chất kết dính có thể hóa cứng và có thể liên kết ngang bởi bức xạ quang hóa gồm có ít nhất 95% chất rắn, Trong nhiều phương án ít nhất 98% chất rắn, trong các phương án cụ thể ít nhất 99% chất rắn, và trong một số phương án ít nhất 99,5% chất rắn.

Trong nhiều phương án, chất kết dính ở dạng chất kết dính nóng chảy có thể xử lý nóng chảy, như đã biết trong tình trạng kỹ thuật. Các chất kết dính này là không có hoặc về cơ bản không có dung môi.

Trong nhiều phương án của sáng chế chất kết dính ở dạng chất kết dính nhạy áp lực. Mô tả về chất kết dính nhạy áp lực và các đặc tính của chúng có thể được tìm thấy trong Encyclopedia of Polyme Science và Engineering, Vol. 13. Wiley-Interscience Publishers (New York, 1988). Mô tả bổ sung về chất kết dính nhạy áp lực và các đặc tính của chúng có thể được tìm thấy trong Encyclopedia of Polyme Science và Technology, Vol. 1, Interscience Publishers (New York, 1964).

Các phương pháp

Sáng chế đề xuất các phương pháp biến đổi các nhóm chức được bố trí dọc theo trục chính của polyme thành các nhóm có thể kích hoạt bằng bức xạ quang hóa và cụ thể hơn là các nhóm có thể kích hoạt bằng tia cực tím. Các phương pháp thường bao gồm việc cung cấp các polyme kiến trúc được kiểm soát có một hoặc nhiều nhóm chức được bố trí dọc theo trục chính trong polyme. Phương pháp cũng bao gồm việc biến đổi ít nhất một phần của nhóm chức để tạo ra các liên kết etylen không bão hòa mà khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa, có tác dụng hóa cứng chế phẩm trước kết dính để theo đó tạo ra chế phẩm kết dính.

Việc biến đổi đã nêu có thể xảy ra bởi một hoặc nhiều bước hoặc thao tác trong đó (các) nhóm chức được phản ứng với một hoặc nhiều chất phản ứng để tạo ra các liên kết etylen không bão hòa.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp tạo ra chế phẩm kết dính. Phương pháp bao gồm cung cấp chế phẩm trước kết dính gồm có các polyme kiến trúc được kiểm soát có một hoặc nhiều nhóm chức được bố trí dọc theo trục chính trong polyme. Ít nhất một phần của nhóm chức gồm có các liên kết etylen không bão hòa. Phương pháp cũng bao gồm cho tiếp xúc chế phẩm trước kết dính bức xạ quang hóa để theo đó ít nhất hóa cứng một phần chế phẩm trước kết dính và tạo ra chế phẩm kết dính.

Các chất kết dính hoặc chế phẩm theo sáng chế được hóa cứng và/hoặc được liên kết ngang bằng cách tiếp xúc với bức xạ quang hóa, và cụ thể là bức xạ tia cực tím (UV) hoặc bức xạ gần UV. Bức xạ chùm điện tử cũng có thể được sử dụng. Như sẽ được hiểu rõ, việc tiếp xúc đủ với bức xạ này gây ra sự hóa cứng và/hoặc liên kết ngang liên quan đến các nhóm chức khác nhau được kết hợp trong polyme và trong một số phương án về CAP.

Việc sử dụng các khía cạnh được mô tả trong sáng chế cho phép hình thành chế phẩm trước kết dính hoặc chế phẩm kết dính mà có thể còn được xử lý bằng cách cho tiếp xúc sau đó hoặc tiếp xúc bổ sung với bức xạ quang hóa và cụ thể là bức xạ tia cực tím. Do đó, mẻ ban đầu hoặc lượng chất trước kết dính hoặc chất kết dính mong muốn có thể được liên kết ngang hoặc ít nhất liên kết ngang một phần với số lượng lớn và sau đó được lưu trữ hoặc giữ cho ứng dụng sau này hoặc phủ lên một chất nền cần thiết.

Sau khi chất kết dính được phủ lên trên chất nền với khối lượng phủ mong muốn, chất nền được phủ được chiếu xạ bằng bức xạ quang hóa và cụ thể là bức xạ tia cực tím để tạo ra chất kết dính được liên kết ngang và trong nhiều phương án chất kết dính nhạy áp lực có độ bền dính cao ở nhiệt độ phòng và nhiệt độ cao. Một loạt các nguồn ánh sáng cực tím được biết đến, gồm có đèn thủy ngân áp suất thấp, cao và trung bình, phát ra trên một loạt các bước sóng. Hầu hết các chất kết dính được nhuộm và không được nhuộm có thể được hóa cứng dễ dàng bằng đèn thủy ngân áp suất trung bình, có dải phát xạ từ khoảng 240 đến 410 nanomet. Ngoài ra, các nguồn UV phát ra trong phạm vi bước sóng hẹp hơn có thể được sử dụng nếu muốn, miễn là phổ phát xạ của nguồn trùng với phổ hấp thụ của các nhóm chức được biến đổi có các liên

kết etylen không bão hòa và/hoặc (các) chất khởi đầu được sử dụng trong chất kết dính.

Fig. 5 là sơ đồ quy trình mô tả quy trình đại diện và hệ thống 10 để sản xuất chất kết dính và hóa cứng và liên kết ngang chất kết dính theo đối tượng sáng chế. Hệ thống 10 thường chứa bộ phân phối hoặc bộ làm nóng 12 để đưa một hoặc nhiều polyme và/hoặc các thành phần khác qua đường cấp 14 đến lò phản ứng, bộ nhào trộn hoặc máy trộn 22. Các polyme thường là CAP và gồm có một hoặc nhiều nhóm chức dọc theo trục chính polyme như được mô tả trong sáng chế. Các đường cấp bổ sung 16, 18, và 20 cũng được đề xuất có thể dùng để đo chọn lọc lượng chất phản ứng, chất khởi đầu, và các thành phần phụ trợ hoặc các chất phụ gia khác cho lò phản ứng/máy trộn 22.

Sau phản ứng giữa các nhóm chức được bố trí dọc theo trục chính polyme với các chất phản ứng để tạo ra các nhóm có thể kích hoạt bằng bức xạ quang hóa và cụ thể là các nhóm có thể kích hoạt bằng tia cực tím, chất trước kết dính tạo thành được đưa trực tiếp qua đường ống 24.

Chất kết dính trong đường ống 24 có thể được đặt trực tiếp hoặc áp vào một hoặc nhiều chất nền trên tấm chuyển động 42 (thường được điều khiển bởi con lăn quay 40) qua đường ống 34, hoặc trực tiếp qua đường ống 36 đến đơn vị lưu trữ 44 để xử lý thêm và/hoặc cho ứng dụng tiếp theo.

Khi đặt chất kết dính được thể hiện trong Fig. 5 là vùng 46, chất kết dính thường trên tấm chuyển động 42, được chiếu xạ bởi một nguồn bức xạ quang hóa chẳng hạn như bộ phát tia cực tím trong giàn 50 mà hướng các tia cực tím trên các vùng 46 để liên kết ngang chất kết dính. Chất kết dính được liên kết ngang 52 tạo thành.

Trong các phương án cụ thể, một hoặc nhiều đèn thủy ngân áp suất trung bình thông thường có thể được sử dụng có phát xạ quang phổ từ khoảng 240 đến 410 nanomet, và cường độ ánh sáng từ khoảng 5 đến 10 kWatts/m². Các ví dụ không giới hạn về cường độ ánh sáng UV để xử lý chất kết dính của sáng chế có thể nằm trong

khoảng từ 0,1 đến 100 kWatts/m², trong một số phương án từ 1 đến 50 kWatts/m², và trong các phương án cụ thể từ 1 đến 20 kWatts/m². Chất nền được phủ được mang trên tấm chuyển động ở dưới hoặc gần nguồn bức xạ UV, trong đó nhiệt độ tấm nằm trong khoảng từ 45°C đến 125°C. Liều lượng bức xạ UV được nhận bởi màng kết dính được phủ được kiểm soát bằng cách điều chỉnh cường độ đèn UV và/hoặc tốc độ tấm. Ví dụ không giới hạn về thời gian xử lý chất kết dính của sáng chế thường ít hơn 60 phút, và hơn nữa thường ít hơn 10 phút, trong nhiều phương án ít hơn 1 phút, và trong các phương án cụ thể ít hơn 10 giây.

Khi cho tiếp xúc chất kết dính với các điều kiện đã nêu, nếu chất kết dính bao gồm CAP, chất kết dính sau đó bao gồm ETLN. Như đã mô tả ở trên, chất kết dính ETLN của sáng chế thể hiện một loạt ưu điểm và lợi ích và đặc biệt khi được so sánh với các polyme không kiến trúc mà tạo ra mạng lưới liên kết ngang ngẫu nhiên.

Sẽ được hiểu rõ rằng, trong quá trình chuyển đổi chế phẩm của sáng chế từ chất trước kết dính đến chất kết dính nhạy áp lực, trong nhiều phương án, mô đun của chế phẩm thay đổi trong khi nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) không thay đổi hoặc về cơ bản vẫn giống như cũ.

Sản phẩm

Sáng chế đề xuất một loạt sản phẩm gồm có các chế phẩm đã nêu, chất trước kết dính, và/hoặc chất kết dính. Ví dụ về các sản phẩm này gồm có các dải băng kết dính gồm các dải băng hai mặt và một mặt; nhãn lưu trữ; kết cấu nhãn; các sản phẩm bao gói và kết cấu gồm có bao bì thực phẩm, bao bì cho hàng gia dụng và hàng công nghiệp và đặc biệt là các gói có thể đóng lại; và các mặt hàng khác.

Fig. 6 minh họa sản phẩm dải băng 100 theo một phương án của sáng chế. Sản phẩm dải băng 100 được thể hiện ở dạng cuộn, tuy nhiên, sẽ được hiểu rõ rằng dải băng có thể ở dạng phẳng, tấm, hoặc gấp hình chữ Z. Sản phẩm dải băng 100 thường bao gồm chất nền 110 có mặt thứ nhất 112 và mặt thứ hai ở phía đối diện 114. Dải băng 100 bao gồm một lớp hoặc vùng chất kết dính như được mô tả trong sáng chế được đặt trên một hoặc cả hai mặt 112, 114. Một hoặc nhiều lớp lót tháo được và/hoặc

lớp phủ có năng lượng bề mặt thấp có thể được sử dụng như được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

Fig. 7 là sơ đồ mặt cắt ngang của dải băng 100A bao gồm chất nền 110 có mặt thứ nhất 112 và mặt thứ hai ở phía đối diện 114. Dải băng 100A cũng chứa một lớp hoặc vùng chất kết dính 120 được đặt trên một trong số các mặt chẳng hạn ví dụ mặt 114. Một hoặc nhiều lớp phủ có năng lượng bề mặt thấp có thể được đặt trên mặt 112 của chất nền 110.

Fig. 8 là sơ đồ mặt cắt ngang của dải băng 100B bao gồm chất nền 110 có mặt thứ nhất 112 và mặt thứ hai ở phía đối diện 114. Dải băng 100B cũng chứa một lớp hoặc vùng chất kết dính 120 được đặt trên một trong số mặt chẳng hạn ví dụ mặt 114. Dải băng 100B cũng chứa một lớp lót tháo được 130 phủ lên chất kết dính 120. Một hoặc nhiều lớp phủ có năng lượng bề mặt thấp có thể được đặt trên mặt 112 của chất nền 110.

Fig. 9 là sơ đồ mặt cắt ngang của dải băng 100C bao gồm chất nền 110 có mặt thứ nhất 112 và mặt thứ hai ở phía đối diện 114. Dải băng 100C cũng chứa lớp hoặc vùng chất kết dính thứ nhất 120 được đặt trên một trong số mặt chẳng hạn ví dụ mặt 114. Dải băng 100C cũng chứa lớp hoặc vùng chất kết dính thứ hai 125 được đặt trên mặt 112 của chất nền 110.

Fig. 10 là sơ đồ mặt cắt ngang của dải băng 100D bao gồm chất nền 110 có mặt thứ nhất 112 và mặt thứ hai ở phía đối diện 114. Dải băng 100D cũng chứa lớp hoặc vùng chất kết dính thứ nhất 120 được đặt trên một trong số mặt chẳng hạn ví dụ mặt 114. Dải băng 100D cũng chứa lớp hoặc vùng chất kết dính thứ hai 125 trên mặt 112. Dải băng 100D cũng chứa lớp lót tháo được thứ nhất 130 phủ lên chất kết dính 120. Và, dải băng 100D còn chứa lớp lót tháo được thứ hai 135 phủ lên chất kết dính 125.

Fig. 11 là sơ đồ mặt cắt ngang kết cấu kín, đóng kín hoặc đóng lại được 200 theo đối tượng sáng chế. Kết cấu này chứa chất nền thứ nhất 210 có mặt chất nền thứ nhất 212, chất nền thứ hai 230 có mặt chất nền thứ hai 214, và một hoặc nhiều lớp hoặc vùng chất kết dính 220 có mặt kết dính 222. Chất kết dính 220 được đặt trên một

hoặc cả hai mặt chất nền 212, 214. Chất kết dính 220 dùng để làm kín và/hoặc dính chặt các chất nền 210, 230 với nhau khi tiếp xúc giữa mặt kết dính 222 và mặt chất nền 212. Sẽ được hiểu rõ rằng, chất kết dính 220 là một chất kết dính bất kỳ trong các chất kết dính được mô tả trong sáng chế. Kết cấu 200 có thể được sử dụng kết hợp với và/hoặc kết hợp trong một loạt các sản phẩm bao bì gồm có ví dụ bao bì thực phẩm, bao bì cho hàng gia dụng, bao bì cho hàng công nghiệp và đặc biệt là các bao bì có thể đóng lại.

Lớp kết dính có thể có độ dày như mong muốn cho một mục đích hoặc dự định sử dụng cụ thể. Trong một phương án, lớp kết dính có thể có độ dày nằm trong khoảng từ 10 đến 125, hoặc từ 10 đến 75, hoặc từ 10 đến 50 micromet. Trong một phương án, khối lượng phủ của chất kết dính có thể nằm trong khoảng từ 10 đến 50 gam trên mét vuông (gsm), và trong một phương án từ 20 đến 35 gsm.

Các lớp lót tháo được để sử dụng trong sáng chế có thể là những lớp lót đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật hoặc được phát hiện sau này. Nói chung, lớp lót tháo được thích hợp gồm có, nhưng không giới hạn bởi, giấy được phủ polyetylen với một lớp phủ tháo được bằng silicon bán sẵn, màng polyetylen terephthalate được phủ polyetylen với một lớp phủ tháo được bằng silicon bán sẵn, hoặc màng polypropylen đúc mà thể được chạm nổi bằng một mẫu hoặc các mẫu trong khi chế tạo các màng này, và sau đó được phủ bằng lớp phủ tháo được bằng silicon bán sẵn. Lớp lót tháo được điển hình là giấy gói hàng loại dày mà có lớp phủ polyetylen mật độ thấp trên mặt phía trước với lớp phủ tháo được silicon và lớp phủ polyetylen mật độ cao hoặc polypropylen ở mặt sau. Lớp lót tháo được khác được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật cũng phù hợp miễn là chúng được chọn để các đặc tính tháo được của chúng tương đối với chất kết dính nhạy áp lực được chọn để sử dụng trong sản phẩm kết dính, tức là, chất kết dính sẽ có ái lực lớn hơn đối với vật liệu mặt so với lớp lót.

Như đã lưu ý ở trên, một hoặc nhiều lớp phủ có năng lượng bề mặt thấp có thể được sử dụng trong các sản phẩm sử dụng chất kết dính được mô tả trong sáng chế. Ví dụ, đối với các sản phẩm dải băng dạng cuộn, có thể mong muốn cung cấp một lớp phủ của một chất có năng lượng bề mặt thấp dọc theo mặt sau của chất nền hoặc thành

phần dải băng tiếp xúc với chất kết dính. Ví dụ không giới hạn về lớp phủ có năng lượng bề mặt thấp gồm có các chất silicon, polypropylen hoặc polyolefin khác, một số flocarbon, và một số axit este béo.

Lợi ích của chất kết dính đặc biệt của sáng chế liên quan đến việc duy trì các tiêu chí hiệu suất khi tiếp tục tiếp xúc với bức xạ UV. Ví dụ, một nhược điểm của nhiều mạng lưới kết dính liên kết ngẫu nhiên, được hóa cứng bằng tia cực tím là việc tiếp xúc với tia cực tím bổ sung dẫn đến liên kết ngang bổ sung. Điều này có thể dẫn đến kết quả là những thay đổi không mong muốn trong chất kết dính và/hoặc hiệu suất của nó. Cụ thể, điều này có thể là không mong muốn đối với các nhãn rõ ràng hoặc trong suốt được in UV ở phía dưới. Ngược lại, nhiều phương án chất kết dính của sáng chế không thể hiện sự thay đổi hiệu quả khi tiếp xúc bổ sung với tia cực tím.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các phương pháp thử nghiệm dưới đây được sử dụng để đánh giá các tính chất của các chế phẩm, tiền chất, chất trước kết dính và chất kết dính khác nhau của sáng chế.

Tất cả dữ liệu về sự bám dính được thử nghiệm trên các vật liệu lưu trữ bề mặt polypropylen (PP) mà không cần xử lý điện hóa. Các mẫu được phân tách từ dung môi thông qua việc đổ khuôn dung môi ở độ dày được kiểm soát 8-20 gram mỗi mét vuông trên giấy với lớp tháo được silicon được hóa cứng 100% chất rắn Pt và được đặt trong lò không khí cưỡng bức ở nhiệt độ nằm trong khoảng 60-120°C. Chất kết dính sau đó được chuyển sang phủ PP. Tất cả các mẫu được lưu trong phòng kiểm soát không khí trong 24 giờ trước khi thử nghiệm.

Khối lượng phân tử trung bình (M_w) và độ đa phân tán (PDI) được xác định bằng sắc ký thẩm thấu gel (GPC). Các mẫu được đánh giá trên hệ thống Waters Acquity Advance Polyme Chromatography. Chất rửa giải được sử dụng là TetraHydroFuran (THF) chứa chất ổn định hóa. Phép đo được thực hiện ở nhiệt độ 35°C. Sự phân tách được thực hiện bằng cách sử dụng cột HSP Gel RT MB-M (khoảng 1.000 đến 4.000.000 Dalton), HSP Gel HT MB-L/M (khoảng 500-4.000.000

Dalton), và HSP Gel HR 1,0 (khoảng 100-1.000 Dalton). Nồng độ mẫu là 2 g/l, tốc độ dòng chảy là 0,7 ml/phút. Phép đo được thực hiện đối với tiêu chuẩn polystyren.

Các mẫu chất kết dính được đúc ra khỏi dung môi và được làm khô nhẹ đến lớp phủ không chứa dung môi. Lớp phủ sau đó được hóa cứng và được hàn nhiệt vào bộ lọc màng 5 μm LS Mitex. Các bộ lọc sau đó được ngâm trong THF trong 1 tuần. Khối lượng trước và sau khi ngâm được so sánh. Tỷ lệ phần trăm gel/chất không tan = khối lượng sau khi ngâm $\div$ khối lượng sau khi ngâm $\times 100$.

Lưu lượng nóng chảy được đo trên máy đo lưu biến TA Instruments AR2000 được trang bị kẹp hình nón và hình tấm. Thử nghiệm được thực hiện với sự quét nhiệt độ từ 100°C đến 130°C. Tốc độ dốc nhiệt độ được đặt ở 1°C/phút và tốc độ trượt bằng 0,25 giây⁻¹.

DMA được thực hiện trên máy đo lưu biến TA Instruments AR2000 được trang bị các kẹp hình tấm song song. Các mẫu có độ dày 1,0 mm được đặt trong kẹp và được ủ ở nhiệt độ 70°C trong 10 phút để đảm bảo sự bám dính tốt. Các mẫu sau đó được làm lạnh đến nhiệt độ -60°C để bắt đầu quét nhiệt độ đến 150°C ở tốc độ dốc bằng 3°C/phút. Trong quá trình đường dốc nhiệt độ, các mẫu được dao động ở tần số 10 rad/giây. Độ bóc tách 90 độ theo phương pháp F PSTC 101. Hóa chất được sử dụng và nhà cung cấp chúng được liệt kê dưới đây.

Bảng 1

Tên thương mại	Chức năng	Nhà cung cấp
Hycat 2000S	chất xúc tác	Dimension Technology Chemical Systems Inc
4HTEMPO	chất ức chế	Sigma Aldrich
Irgacure 2959	chất quang hóa	BASF
Irgacure 4265	chất quang hóa	BASF
Dertophen T115	chất dính	DRT
DPHA	acrylat đa chức năng	Sigma Aldrich
MSA	chất xúc tác axit	Sigma Aldrich
DBTDL	chất xúc tác	Sigma Aldrich
D200	isoxyanat-acrylat	Allnex
PETTA	acrylat đa chức năng	Sigma Aldrich
D-200XP	isoxyanat-acrylat	Allnex
Esacure one	chất quang hóa	IGM Resins
ADMA 14	chất tương hợp	Albemarle
BlocBuilder MA	chất kiểm soát polyme hóa	Arkema
Natri AcetylAxetonat	chất trung hòa	Sigma Aldrich
BA	monome	nguồn thương mại
EHA	monome	nguồn thương mại
AA	monome	nguồn thương mại
GMA	monome	nguồn thương mại
MA	monome	nguồn thương mại
maleic Anhydrit	monome	nguồn thương mại
4-HBA	monome	nguồn thương mại
Propyl Axetat	dung môi	nguồn thương mại
MEK	dung môi	nguồn thương mại
Etyl Axetat	dung môi	nguồn thương mại
Toluen	dung môi	nguồn thương mại

Ví dụ 1 (Tiền chất): Điều chế polyme acrylic được phân đoạn có nhóm chức epoxy bằng cách sử dụng chất phản ứng SFRP làm tiền chất để acryl hóa (KH6-2)

Copolymer acrylic với các nhóm chức phản ứng được đặt ở vị trí trong một phân đoạn liền kề với cuối mạch polymer được điều chế như sau. Nạp 7,25g BlocBuilderMA (chất phản ứng SFRP) vào bình phản ứng 1500ml được trang bị vỏ bọc nhiệt, máy khuấy, bình ngưng hồi lưu, bể cấp liệu và đầu vào khí nitơ. Bình phản ứng sau đó được làm trơ bằng nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Các monome và dung môi được bổ sung với lượng sau đây vào một bình cấp liệu và được làm trơ bằng

nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Sau khi làm tro, hỗn hợp monome và dung môi được bổ sung vào bình phản ứng để tạo ra đoạn liền kề với cuối mạch polyme.

71,32g Butyl Acrylat

71,32g 2-EtylHexyl Acrylat

141,85g Propyl Axetat

Chất nạp trong bình phản ứng được làm nóng đến nhiệt độ 70°C (vỏ bình phản ứng đến nhiệt độ 81°C) để bắt đầu phản ứng BlocbuilderMA với các monome acrylat ban đầu. Ở nhiệt độ 70°C, T=0 và giữ dưới 85°C trong 30 phút để hoàn thành phản ứng ban đầu. Ở điểm này, Blocbuilder MA được bổ sung các nhóm acrylat và được làm tro cho đến nhiệt độ 100°C. Kết thúc thời gian giữ 30 phút, phản ứng được làm nóng đến điều kiện hồi lưu (vỏ bọc bình phản ứng 130°C) với quá trình làm sạch nitơ không đổi. Ở nhiệt độ 100°C, 18,90g glycidyl metacrylat được bổ sung vào bình phản ứng và bắt đầu giữ 90 phút trong đó phản ứng sẽ đạt đến hồi lưu trong quá trình giữ này ở nhiệt độ xấp xỉ 112°C. Điều này là để tạo ra phân đoạn nhóm chức epoxy với M_n lý thuyết là 8,489 g/mol. Trong suốt 90 phút giữ, một hỗn hợp cấp chất phản ứng với sự làm sạch nitơ hoạt động gồm 336,79g propyl axetat, 641,88g 2-ethylhexyl acrylat, và 641,88g butyl acrylat được cân vào bình cấp liệu và được làm tro bằng nitơ ở tốc độ 0,5 lít/phút. Sau 90 phút giữ ban đầu, cấp liệu chất phản ứng được bổ sung vào trong khoảng thời gian 60 phút vào bình phản ứng ở tốc độ 2 gam/phút. Sau 60 phút cấp liệu, tốc độ được nghiêng đến 4,00 gam/phút trong 30 phút. Sau 30 phút ở tốc độ cấp liệu 2, tốc độ cấp liệu được tăng đến 8,00 gam/phút cho đến khi cấp liệu chất phản ứng bị cạn kiệt. Trong quá trình cấp liệu chất phản ứng, nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng 115-122°C. Các điều kiện phản ứng được duy trì sau khi hoàn thành cấp liệu chất phản ứng cho đến khi đạt được sự chuyển đổi ít nhất khoảng 90% butyl acrylat và 2-ethylhexyl acrylat. Sự chuyển đổi đối với ví dụ này lớn hơn 92,0%. Điều này là để tạo ra phần còn lại của phân đoạn chức không epoxy liền kề với phân khúc chức epoxy ở cuối polyme. Tổng M_n theo lý thuyết của phân đoạn chức không-epoxy là 67,463 g/mol. Ở thời điểm này, polyme được làm lạnh đến 85°C. Khi polyme ở khoảng 85°C, 1,45g amyl peroxy pivalat bậc ba và 67,36g propyl axetat được trộn lẫn trong bình cấp liệu 100 mL và được làm tro 15 phút bằng nitơ ở tốc độ 0,5 lít/phút.

Sau khi làm trơ, dung dịch pivalat được bổ sung vào bình phản ứng trong 90 phút. Khi hoàn thành cấp pivalat, nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng giữa 85°C và 90°C trong 1 giờ. Dung dịch polyme tạo thành sau đó được làm lạnh đến nhiệt độ phòng. Trong quá trình làm lạnh, 4,39g natri axetylaxetonat và 24,86g propyl axetat được bổ sung vào bình phản ứng để trung hòa axit từ BlocbuilderMA. Một khi ở nhiệt độ môi trường, polyme được thải ra khỏi bình phản ứng. Khối lượng phân tử theo lý thuyết là M_n 75,953 g/mol với 7 nhóm epoxy trên một đầu cuối mạch.

Polyme dung dịch tạo thành được tách ra khỏi dung môi để tạo ra polyme lỏng bằng cách sử dụng phương pháp bay hơi quay và đánh giá độ nhớt nóng chảy bằng cách sử dụng một hình nón và tấm được trang bị trên một máy đo lưu biến phân tích cơ học động.

Ví dụ 2 (Chất trước kết dính): Điều chế polyme acrylic có nhóm chức EN (liên kết đôi) bằng cách sử dụng ví dụ 1 làm tiền chất để nhắm tới ít nhất acryl hóa khoảng 80% bằng axit acrylic (EB15-17)

Copolymer acrylic với các nhóm chức EN phản ứng được đặt ở vị trí trong một phân đoạn liền kề với cuối mạch polyme được điều chế như sau. Nạp 469,31g ví dụ 1 (tiền chất epoxy) vào bình phản ứng 1500ml được trang bị vỏ bọc nhiệt, máy khuấy, bình ngưng hồi lưu, bể cấp liệu và đầu vào khí nitơ. Chất nạp trong bình phản ứng được làm nóng đến 70°C (vỏ bình phản ứng đến 79°C). Khi ở nhiệt độ 70°C, 3,41g hycat 2000s (chất xúc tác crom) và 64,71g propyl axetat được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được trộn dưới tốc độ khuấy 150rpm trong 10 phút. Sau khi trộn chất xúc tác vào, 1,80g axit acrylic được bổ sung vào bình phản ứng cùng với 5,00g propyl axetat như là chất để tráng axit acrylic còn dư bất kỳ. Hỗn hợp được giữ khuấy trong khoảng 40 phút. Sau khi trộn, 1,70g 4-Hydroxy TEMPO và 32,30g propyl axetat được bổ sung vào bình phản ứng để tránh sự polyme hóa các liên kết đôi của chế phẩm trước kết dính được acryl hóa. Hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ khoảng 70-72°C trong 24 giờ. Sự chuyển đổi axit acrylic được theo dõi bằng sắc ký khí trong thời gian giữ đó. Sau 24 giờ, polyme được làm lạnh đến nhiệt độ phòng và được thải ra. Polyme

tạo thành có 3 nhóm epoxy mà được chuyển hóa thành nhóm chức EN để tạo ra chất trước kết dính có thể hóa cứng dưới bức xạ quang hóa/tia cực tím.

Ví dụ 3: Điều chế polyme acrylic được phân đoạn có nhóm chức EN sau khi acryl hóa ví dụ 1 và công thức để hóa cứng chất trước kết dính bằng tia cực tím (AK4-11).

Ví dụ 1 được tạo công thức với 1% trên chất rắn Irgacure 2959 được mua từ BASF và 250 ppm 4-Hydroxy TEMPO. Ngoài ra, ví dụ 1 được tạo công thức với với 1% trên chất rắn Hycat 2000s và axit acrylic có đương lượng phân tử đủ để acryl hóa ít nhất khoảng 80% nhóm epoxy trên ví dụ 1. Tất cả các thành phần được trộn với nhau trong một bình hồ phách 8 oz. bằng cách sử dụng một bộ nhào trộn. Sau khi trộn, bình này được đặt ở nhiệt độ 70°C trong 24 giờ để hoàn thành bước acryl hóa.

Bảng 2

Các lượng bổ sung bằng gam ở Ví dụ 3				
Ví dụ 1	Axit acrylic	4HTEMPO	Hycat	Irg 2959
129,2	0,494	0,46	18,76	9,52
	Ví dụ 1=	72,61% trong propyl axetat		
	Axit acrylic =	100%		
	4HTEMPO =	5% trong propyl axetat		
	Hycat =	5% trong propyl axetat		
	Irg 2959 =	10% trong metyl etyl keton		

Bảng 3: Kết quả

Số	Khối lượng bộ lọc	Khối lượng polyme	bộ lọc sau khi ngâm + polyme	% gel	Trung bình	Độ lệch chuẩn
1	0,225	0,06	0,291	60%	62%	2%
2	0,25	0,088	0,306	64%		
3	0,249	0,082	0,301	63%		

Ví dụ 4: Điều chế axit acrylic được phân đoạn có nhóm chức axit bằng cách sử dụng chất phản ứng SFRP làm tiền chất để acryl hóa (KH6-4)

Copolymer acrylic với các nhóm chức phản ứng được đặt ở vị trí trong một phân đoạn liền kề với cuối mạch polymer được điều chế như sau. Nạp 9,10g BlocBuilderMA (chất phản ứng SFRP) vào bình phản ứng 1500ml được trang bị vỏ bọc nhiệt, máy khuấy, bình ngưng hồi lưu, bể cấp liệu và đầu vào khí nitơ. Bình phản ứng sau đó được làm trơ bằng nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Các monome và dung môi được bổ sung với lượng sau đây vào một bình cấp liệu và được làm trơ bằng nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Sau khi làm trơ, hỗn hợp monome và dung môi được bổ sung vào bình phản ứng để tạo ra đoạn liền kề với cuối mạch polymer.

89,57g Butyl Acrylat

89,57g 2-EtylHexyl Acrylat

12,04g Axit Acrylic

178,14g Propyl Axetat

Chất nạp trong bình phản ứng được làm nóng đến nhiệt độ 70°C (vỏ bình phản ứng đến nhiệt độ 81°C) để bắt đầu phản ứng BlocbuilderMA với các monome acrylat ban đầu. Ở nhiệt độ 70°C, T=0 và giữ dưới 85°C trong 30 phút để hoàn thành phản ứng ban đầu. Ở điểm này, Blocbuilder MA được bổ sung các nhóm acrylat và được làm trơ cho đến nhiệt độ 100°C. Kết thúc thời gian giữ 30 phút, phản ứng được làm nóng đến điều kiện hồi lưu (vỏ bọc bình phản ứng 130°C) với quá trình làm sạch nitơ không đổi. Ở nhiệt độ 100°C, bắt đầu giữ 90 phút trong đó phản ứng sẽ đạt đến hồi lưu trong quá trình giữ này ở nhiệt độ xấp xỉ 112°C. Điều này là để tạo ra phân đoạn nhóm chức axit với M_n lý thuyết là 8,004 g/mol. Trong suốt 90 phút giữ, một hỗn hợp cấp chất phản ứng với sự làm sạch nitơ hoạt động gồm 422,96g propyl axetat, 806,11g 2-ethylhexyl acrylat, và 806,11g butyl acrylat được cân vào bình cấp liệu và được làm trơ bằng nitơ ở tốc độ 0,5 lít/phút. Sau 90 phút giữ ban đầu, cấp liệu chất phản ứng được bổ sung vào trong khoảng thời gian 60 phút vào bình phản ứng ở tốc độ 2 gam/phút. Sau 60 phút cấp liệu, tốc độ được nghiêng đến 4,00 gam/phút trong 30 phút. Sau 30 phút ở tốc độ cấp liệu 2, tốc độ cấp liệu được tăng đến 8,00 gam/phút cho

đến khi cấp liệu chất phản ứng bị cạn kiệt. Trong quá trình cấp liệu chất phản ứng, nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng 115-122°C. Các điều kiện phản ứng được duy trì sau khi hoàn thành cấp liệu chất phản ứng cho đến khi đạt được sự chuyển đổi ít nhất khoảng 90% butyl acrylat và 2-ethylhexyl acrylat. Điều này là để tạo ra phần còn lại của phân đoạn chức không axit liền kề với phân đoạn chức epoxy ở cuối polyme. Tổng Mn theo lý thuyết của phân đoạn chức không-axit là 67,500 g/mol. Ở thời điểm này, polyme được làm lạnh đến 85°C. Khi polyme ở 85°C, 1,80g amyl peroxy pivalat bậc ba và 84,59g propyl axetat được trộn lẫn trong bình cấp liệu 100 mL và được làm trơ 15 phút bằng nitơ ở tốc độ 0,5 lít/phút. Sau khi làm trơ, dung dịch pivalat được bổ sung vào bình phản ứng trong 90 phút. Khi hoàn thành cấp pivalat, nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng giữa 85°C và 90°C trong 1 giờ. Dung dịch polyme tạo thành sau đó được làm lạnh đến nhiệt độ phòng và được thải ra khỏi bình phản ứng. Khối lượng phân tử theo lý thuyết là Mn 75,505 g/mol với 7 nhóm axit trên một đầu cuối mạch. Mn đo được là 48197 g/mol với PDI bằng 2,45.

Polyme dung dịch tạo thành được tách ra khỏi dung môi bằng cách sử dụng phương pháp bay hơi quay và đánh giá độ nhớt nóng chảy bằng cách sử dụng một hình nón và tấm được trang bị trên một máy đo lưu biến phân tích cơ học động.

Ví dụ 5: Điều chế polyme acrylic phân đoạn có nhóm chức EN bằng cách sử dụng ví dụ 4 làm tiền chất để nhắm tới acryl hóa ít nhất khoảng 80% bằng glycidyl metacrylat (KH6-8)

Copolymer acrylic với các nhóm chức EN phản ứng được đặt ở vị trí trong một phân đoạn liền kề với cuối mạch polyme được điều chế như sau. Nạp 257,32g ví dụ 4 (tiền chất axit) vào bình phản ứng 1500ml được trang bị vỏ bọc nhiệt, máy khuấy, bình ngưng hồi lưu, bể cấp liệu và đầu vào khí nitơ. Dưới tốc độ khuấy 50rpm, 0,04g 4-hydroxy TEMPO và 3,96g methyl ethyl keton được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn trong 5 phút. Tiếp theo, 2,11g glycidyl metacrylat được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn trong 5 phút. Cuối cùng, 1,00g Hycat 200S và 18,94g propyl axetat được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn. Khi Hycat được bổ sung vào bình phản ứng, bình phản ứng được làm nóng đến nhiệt độ 70°C (bình phản ứng

Jacket đến 83°C). Khi ở nhiệt độ 70°C, T=0 và tốc độ khuấy tăng đến 100rpm. Hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ khoảng 72-74°C trong 7 giờ. Sự chuyển hóa glycidyl metacrylat được theo dõi bằng sắc ký khí trong thời gian giữ trên. Sau 7 giờ, polyme được làm lạnh đến nhiệt độ phòng và được thải ra. Polyme tạo thành có 4,5 nhóm axit mà được chuyển hóa thành nhóm chức EN để tạo ra chất trước kết dính có thể hóa cứng dưới bức xạ quang hóa/tia cực tím.

Ví dụ 6: Điều chế polyme acrylic phân đoạn có nhóm chức EN bằng cách sử dụng ví dụ 4 làm tiền chất để nhắm tới acryl hóa ít nhất khoảng 80% bằng glycidyl metacrylat (KH6-9)

Copolymer acrylic với các nhóm chức EN phản ứng được đặt ở vị trí trong một phân đoạn liền kề với cuối mạch polymer được điều chế như sau. Nạp 289,65g ví dụ 4 (tiền chất axit) vào bình phản ứng 1500ml được trang bị vỏ bọc nhiệt, máy khuấy, bình ngưng hồi lưu, bể cấp liệu và đầu vào khí nitơ. Dưới tốc độ khuấy 75rpm, 0,04g 4-Hydroxy TEMPO và 3,96g methyl ethyl keton được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn trong 5 phút. Tiếp theo, 2,37g glycidyl metacrylat được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn trong 5 phút. Cuối cùng, 1,12g Hycat 200S và 21,34g propyl axetat được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn. Khi Hycat được bổ sung vào bình phản ứng, chất nạp trong bình phản ứng được làm nóng đến nhiệt độ 80°C (vỏ bình phản ứng đến 84°C). Khi ở nhiệt độ 80°C, T=0 và tốc độ khuấy tăng lên 100rpm. Hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ khoảng 79-81°C trong 7 giờ. Sự chuyển hóa glycidyl metacrylat được theo dõi bằng sắc ký khí trong thời gian giữ trên. Sau 7 giờ, polyme được làm lạnh đến nhiệt độ phòng và được thải ra. Polyme tạo thành có 5 nhóm axit được chuyển hóa thành nhóm chức EN để tạo ra chất trước kết dính có thể hóa cứng dưới bức xạ quang hóa/tia cực tím.

Ví dụ 7: Điều chế polyme acrylic phân đoạn có nhóm chức EN bằng cách sử dụng ví dụ 4 làm tiền chất để nhắm tới acryl hóa ít nhất khoảng 80% bằng glycidyl metacrylat (KH6-11)

Copolymer acrylic với các nhóm chức EN phản ứng được đặt ở vị trí trong một phân đoạn liền kề với cuối mạch polymer được điều chế như sau. Nạp 331,43g ví dụ 4

(tiền chất axit) vào bình phản ứng 1500ml được trang bị vỏ bọc nhiệt, máy khuấy, bình ngưng hồi lưu, bể cấp liệu và đầu vào khí nitơ. Dưới tốc độ khuấy 75rpm, 0,24g Hycat 200S và 4,53g propyl axetat được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn trong 5 phút. Tiếp theo, 0,05g 4-Hydroxy TEMPO và 0,91g propyl axetat được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn trong 5 phút. Cuối cùng, 2,50g glycidyl metacrylat được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn. Khi GMA được bổ sung vào bình phản ứng, chất nẹp trong bình phản ứng được làm nóng đến nhiệt độ 80°C (vỏ bình phản ứng đến 84°C). Khi ở nhiệt độ 80°C, T=0 và tốc độ khuấy tăng lên 100rpm. Hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ khoảng 79-81°C trong 2 giờ. Sự chuyển hóa glycidyl metacrylat được theo dõi bằng sắc ký khí trong thời gian giữ trên. Sau 2 giờ, polyme được làm lạnh đến nhiệt độ phòng và được thải ra. Polyme tạo thành có 0,5 nhóm axit được chuyển hóa thành nhóm chức EN để tạo ra chất trước kết dính có thể hóa cứng dưới bức xạ quang hóa/tia cực tím.

Bảng 4

Công thức và điều kiện phản ứng các ví dụ 5-7				
Ví dụ	Tiền chất	% bos Crom	ppm TEMPO	Thời gian acryl hóa
5	ví dụ 4	0,50%	200	70
6	ví dụ 4	0,50%	200	80
7	ví dụ 4	0,10%	200	80

Ví dụ 8-12: Điều chế polyme acrylic phân đoạn có nhóm chức EN sau nhiều mức độ acryl hóa của ví dụ 4 và công thức để hóa cứng chất trước kết dính bằng tia cực tím.

Ví dụ 4 được tạo công thức với 1% trên chất rắn Irgacure 2959 được mua từ BASF và 200 ppm 4-Hydroxy TEMPO được mua từ Sigma Aldrich. Ngoài ra, Ví dụ 4 được tạo công thức với 0,5% trên chất rắn Hycat 2000s và đương lượng phân tử glycidyl metacrylat (GMA) đủ để acryl hóa 50%-100% các nhóm axit trên ví dụ 4. Tất cả các thành phần được trộn với nhau trong một bình hổ phách 8 oz. bằng cách sử dụng một bộ nhào trộn. Sau khi trộn, bình này được đặt ở nhiệt độ 70°C trong 24 giờ để hoàn thành bước acryl hóa.

Bảng 5

Các lượng bổ sung bằng gam ở Ví dụ 8-9						
Ví dụ #	Ví dụ 4	% mục tiêu acryl hóa	GMA (g)	Hycat (g)	4HTEMPO (g)	Irg 2959 (g)
8	28,15	50%	0,144	2,18	0,087	2,2
9	15,96	60%	0,098	1,23	0,049	1,25
10	14,65	80%	0,12	1,13	0,045	1,15
11	18,74	90%	0,172	1,45	0,058	1,47
12	21,42	100%	0,219	1,66	0,066	1,69
	Ví dụ 3=	77,54% trong propyl axetat				
	GMA =	100%				
	Hycat =	5% trong propyl axetat				
	4HTEMPO =	5% trong propyl axetat				
	Irg 2959 =	10% trong metyl etyl keton				

Bảng 6: Kết quả

Ví dụ	Số	bộ lọc	polyme	bộ lọc sau khi ngâm + polyme	% gel	Trung bình	Độ lệch chuẩn
8	1	0,243	0,073	0,262	26%	22%	7%
	2	0,248	0,063	0,257	14%		
	3	0,255	0,066	0,272	26%		
9	1	0,249	0,068	0,267	26%	30%	3%
	2	0,245	0,075	0,269	32%		
	3	0,256	0,076	0,279	30%		
10	1	0,258	0,07	0,283	36%	37%	2%
	2	0,25	0,071	0,276	37%		
	3	0,252	0,063	0,277	40%		
11	1	0,246	0,072	0,273	38%	40%	3%
	2	0,253	0,08	0,288	44%		
	3	0,255	0,077	0,285	39%		
12	1	0,26	0,074	0,292	43%	45%	2%
	2	0,253	0,085	0,291	45%		
	3	0,264	0,077	0,301	48%		

Ví dụ 13-16: Điều chế polyme acrylic phân đoạn có nhóm chức EN sau nhiều mức độ acryl hóa của ví dụ 4 và công thức để hóa cứng chất trước kết dính bằng tia cực tím.

Ví dụ 4 được tạo công thức với 1% trên chất rắn Irgacure 2959 được mua từ BASF và 200 ppm 4-Hydroxy TEMPO được mua từ Sigma Aldrich. Performance aids Dertophen T115 (T115) được mua từ DTR và DiPentaerythritol HexylAcrylat (DPHA) được mua từ Sigma Aldrich được tạo công thức thành Ví dụ 4 ở nhiều mức độ khác nhau. Ngoài ra, Ví dụ 4 được tạo công thức với 0,5% trên chất rắn Hycat 2000s và đương lượng phân tử glycidyl metacrylat (GMA) đủ để acryl hóa 80% các nhóm axit trên ví dụ 4. Tất cả các thành phần được trộn với nhau trong một bình hồ phách 8 oz. bằng cách sử dụng một bộ nhào trộn. Sau khi trộn, bình này được đặt ở nhiệt độ 70°C trong 24 giờ để hoàn thành bước acryl hóa.

Bảng 7

Các lượng bổ sung bằng gam ở Ví dụ 10, 13-16								
Ví dụ #	Ví dụ 4	% mục tiêu acryl hóa	GMA (g)	Hycat (g)	4HTEMPO (g)	Irg 2959 (g)	T115 (g)	DPHA (g)
13	30	80%	0,245	2,33	0,093	2,36	11,88	0,148
14	30	80%	0,245	2,33	0,093	2,36	11,96	0,298
15	30	80%	0,245	2,33	0,093	2,36	12,11	0,606
16	30	80%	0,245	2,33	0,093	2,36	12,27	0,92
	Ví dụ 3=	77,54% trong propyl axetat						
	GMA =	100%						
	Hycat =	5% trong propyl axetat						
	4HTEMPO =	5% trong propyl axetat						
	Irg 2959 =	10% trong metyl etyl keton						
	T115 =	70 % trong propyl axetat						
	DPHA =	100%						

Bảng 8: Kết quả

Ví dụ	Lô	% hàm lượng gel						Độ bám dính bóc tách 90° đối với dòng chảy bọc		
		Bộ lọc	polyme	Bộ lọc sau khi ngâm + polyme	% gel	Trung bình	Độ lệch chuẩn	15 phút dừng	Trung bình	Kiểu sai hồng
13	1	0,237	0,061	0,263	43%	41%	1%	3,66	3,36	Dính kết
	2	0,244	0,06	0,268	40%			3,06		
	3	0,25	0,064	0,276	41%					
14	1	0,244	0,058	0,269	43%	44%	1%	2,81	2,71	Dính kết
	2	0,244	0,067	0,273	43%			2,65		
	3	0,238	0,063	0,266	44%			2,66		
15	1	0,244	0,078	0,289	58%	57%	1%	2,13	2,13	Bám dính
	2	0,252	0,073	0,293	56%			1,95		
	3	0,254	0,052	0,284	58%			2,31		
16	1	0,238	0,054	0,269	57%	54%	4%	2,16	2,19	Bám dính
	2	0,237	0,07	0,276	56%			2,26		
	3	0,258	0,064	0,29	50%			2,14		

Ví dụ 17: Điều chế polyme acrylic có nhóm chức anhydrit bằng cách sử dụng chất phản ứng SFRP làm tiền chất để acryl hóa (KH6-7)

Copolymer acrylic với các nhóm chức phản ứng được đặt ở vị trí trong một phân đoạn liền kề với cuối mạch polymer được điều chế như sau. Nạp 9,08g BlocBuilderMA (chất phản ứng SFRP) vào bình phản ứng 1500ml được trang bị vỏ bọc nhiệt, máy khuấy, bình ngưng hồi lưu, bể cấp liệu và đầu vào khí nitơ. Bình phản ứng sau đó được làm trơ bằng nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Các monome và dung môi được bổ sung với lượng sau đây vào một bình cấp liệu và được làm trơ bằng nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Sau khi làm trơ, hỗn hợp monome và dung môi được bổ sung vào bình phản ứng để tạo ra đoạn liền kề với cuối mạch polymer.

89,41g Butyl Acrylat

89,41g 2-EthylHexyl Acrylat

16,36g Anhydrit Maleic

177,83g Propyl Axetat

Chất nạp trong bình phản ứng được làm nóng đến nhiệt độ 70°C (vỏ bình phản ứng đến nhiệt độ 81°C) để bắt đầu phản ứng BlocbuilderMA với các monome acrylat ban đầu. Ở nhiệt độ 70°C, T=0 và giữ dưới 85°C trong 30 phút để hoàn thành phản ứng ban đầu. Ở điểm này, Blocbuilder MA được bổ sung các nhóm acrylat và được làm trơ cho đến nhiệt độ trên 100°C. Kết thúc thời gian giữ 30 phút, phản ứng được làm nóng đến điều kiện hồi lưu (vỏ bọc bình phản ứng 130°C) với quá trình làm sạch nitor không đổi. Ở nhiệt độ 100°C, bắt đầu giữ 60 phút trong đó phản ứng sẽ đạt đến hồi lưu trong quá trình giữ này ở nhiệt độ xấp xỉ 112°C. Điều này là để tạo ra phân đoạn nhóm chức epoxy với M_n lý thuyết là 8189 g/mol. Trong suốt 90 phút giữ, một hỗn hợp cấp chất phản ứng với sự làm sạch nitor hoạt động gồm 422,23g propyl axetat, 804,71g 2-ethylhexyl acrylat, và 804,71g butyl acrylat được cân vào bình cấp liệu và được làm trơ bằng nitor ở tốc độ 0,5 lít/phút. Sau 60 phút giữ ban đầu, cấp liệu chất phản ứng được bổ sung vào trong khoảng thời gian 60 phút vào bình phản ứng ở tốc độ 2 gam/phút. Sau 60 phút cấp liệu, tốc độ được nghiêng đến 4,00 gam/phút trong 30 phút. Sau 30 phút ở tốc độ cấp liệu 2, tốc độ cấp liệu được tăng đến 8,00 gam/phút cho đến khi cấp liệu chất phản ứng bị cạn kiệt. Trong quá trình cấp liệu chất phản ứng, nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng 115-122°C. Các điều kiện phản ứng được duy trì sau khi hoàn thành cấp liệu chất phản ứng cho đến khi đạt được sự chuyển đổi ít nhất khoảng 90% butyl acrylat và 2-ethylhexyl acrylate. Điều này là để tạo ra phần còn lại của phân đoạn chức không anhydrit liên kết với phân khúc chức anhydrit ở cuối polyme. Tổng M_n theo lý thuyết của phân đoạn chức không- anhydrit là 67,531 g/mol. Ở thời điểm này, polyme được làm lạnh đến 85°C. Khi polyme ở khoảng 85°C, 1,80g amyl peroxy pivalat bậc ba và 84,45g propyl axetat được trộn lẫn trong bình cấp liệu 100 mL và được làm trơ 15 phút bằng nitor ở tốc độ 0,5 lít/phút. Sau khi làm trơ, dung dịch pivalat được bổ sung vào bình phản ứng trong 90 phút. Khi hoàn thành cấp pivalat, nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng giữa 85°C và 90°C trong 1 giờ. Dung dịch polyme tạo thành sau đó được làm lạnh đến nhiệt độ phòng và được xả ra khỏi bình phản ứng. Khối lượng phân tử theo lý thuyết là M_n 75,722 g/mol với 7 nhóm anhydrit trên một đầu cuối mạch.

Polyme dung dịch tạo thành được tách ra khỏi dung môi để tạo ra polyme lỏng bằng cách sử dụng phương pháp bay hơi quay và đánh giá độ nhớt nóng chảy bằng cách sử dụng một hình nón và tấm được trang bị trên một máy đo lưu biến phân tích cơ học động.

Ví dụ 18: Điều chế polyme acrylic phân đoạn có nhóm chức EN bằng cách sử dụng Ví dụ 17 làm tiền chất để nhắm tới acryl hóa 100% bằng 4-Hydroxy Butyl Acrylat (JRL6-143)

Copolymer acrylic với các nhóm chức EN phản ứng được đặt ở vị trí trong một phân đoạn liền kề với cuối mạch polymer được điều chế như sau. Nạp 545,22g Ví dụ 17 (tiền chất anhydrit) vào bình phản ứng 1500ml được trang bị vỏ bọc nhiệt, máy khuấy, bình ngưng hồi lưu, bể cấp liệu và đầu vào khí nitơ. Dưới tốc độ khuấy 125rpm, 0,14g 4-Hydroxy TEMPO và 2,59g propyl axetat được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn trong 5 phút. Tiếp theo, 5,42g 4-Hydroxy Butyl Acrylat được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn trong 5 phút. Hỗn hợp phản ứng được trộn qua đêm ở nhiệt độ phòng. Ngày tiếp theo, chất nạp trong bình phản ứng được làm nóng đến nhiệt độ 80°C (vỏ bình phản ứng đến 85°C). Khi ở nhiệt độ 80°C, T=0 và 0,41g Axit MetanSulfonic và 3,70g etyl axetat được bổ sung vào bình phản ứng. Hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ khoảng 78-82°C trong 24 giờ. Sự chuyển hóa 4-Hydroxy Butyl Acrylat được theo dõi bằng sắc ký khí trong thời gian giữ trên. Sau 24 giờ, polymer được làm lạnh đến nhiệt độ phòng và được thải ra. Polymer tạo thành có 7 nhóm anhydrit maleic được chuyển hóa thành nhóm chức EN để tạo ra chất trước kết dính có thể hóa cứng dưới bức xạ quang hóa/tia cực tím.

Ví dụ 19: Điều chế quy mô thí điểm polymer acrylic phân đoạn có nhóm chức EN bằng cách sử dụng chất phản ứng SFRP (PP85-65)

Copolymer acrylic với các nhóm chức EN phản ứng được đặt ở vị trí trong một phân đoạn liền kề với cuối mạch polymer được điều chế như sau. Nạp 1,53lbs BlocBuilder MA (chất phản ứng SFRP) vào bình phản ứng 100 gallon được trang bị vỏ bọc nhiệt, máy khuấy, bình ngưng hồi lưu, bể cấp liệu và đầu vào khí nitơ. Bình phản ứng sau đó được làm trơ bằng nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Các

monome và dung môi được bổ sung với lượng sau đây vào một bình cấp liệu và được làm tro bằng nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Sau khi làm tro, hỗn hợp monome và dung môi được bổ sung vào bình phản ứng để tạo ra đoạn liên kết với cuối mạch polyme.

15,1 lbs Butyl Acrylat

15,1 lbs 2-EtylHexyl Acrylat

3,90 lbs Anhydrit Maleic

27,5 lbs Propyl Axetat

Chất nạp trong bình phản ứng được làm nóng đến nhiệt độ 70°C (vỏ bình phản ứng đến nhiệt độ 80°C) để bắt đầu phản ứng BlocbuilderMA với các monome acrylat ban đầu. Ở nhiệt độ 70°C, T=0 và giữ dưới 85°C trong 30 phút để hoàn thành phản ứng ban đầu. Ở điểm này, Blocbuilder MA được bổ sung các nhóm acrylat và được làm tro cho đến nhiệt độ 100°C. Kết thúc thời gian giữ 30 phút, phản ứng được làm nóng đến điều kiện hồi lưu (vỏ bọc bình phản ứng 130°C) với quá trình làm sạch nitơ không đổi. Ở nhiệt độ 100°C, và bắt đầu giữ trong đó phản ứng sẽ đạt đến hồi lưu trong quá trình giữ này ở nhiệt độ xấp xỉ 114°C. Điều này là để tạo ra phân đoạn nhóm chức anhydrit với M_n lý thuyết là 8492 g/mol. Trong suốt thời gian giữ, một hỗn hợp cấp chất phản ứng với sự làm sạch nitơ hoạt động gồm 47,9 lbs propyl axetat, 135,8 lbs 2-ethylhexyl acrylat, và 135,8 lbs butyl acrylat được cân vào bình cấp liệu. Sau khi sự chuyển hóa monome ban đầu là >60% được chuyển hóa, cấp liệu chất phản ứng được bổ sung vào bình phản ứng trong 60 phút thông qua bộ khuếch tán nitơ (0,5L/phút) ở tốc độ 0,95 lbs/phút. Sau 60 phút cấp liệu, tốc độ được nghiêng đến 1,18 lbs/phút trong 60 phút. Sau 60 phút ở tốc độ cấp liệu 2, tốc độ cấp liệu được tăng đến 1,28 lbs/phút cho đến khi cấp liệu chất phản ứng bị cạn kiệt (~150 phút). Trong quá trình cấp liệu chất phản ứng, nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng 115-122°C. Các điều kiện phản ứng được duy trì sau khi hoàn thành cấp liệu chất phản ứng cho đến khi đạt được sự chuyển đổi ít nhất 90% butyl acrylat và 2-ethylhexyl acrylat. Điều này là để tạo ra phần còn lại của phân đoạn chức không anhydrit liên kết với phân khúc chức anhydrit ở cuối polyme. Tổng M_n theo lý thuyết của phân đoạn chức không-anhydrit là 67,633 g/mol. Ở thời điểm này, polyme được làm lạnh đến 85°C. Khi

polyme ở khoảng 85°C, 0,30 lbs amyl peroxy pivalat bậc ba và 13,4 lbs propyl axetat được trộn lẫn trong bình cấp liệu và được bổ sung vào bình phản ứng trong 30 phút. Khi hoàn thành cấp pivalat, nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng giữa 85°C và 90°C trong 2 giờ.

Sau khi giữ 2 giờ, tắt làm sạch nito và 0,0769 lbs 4-Hydroxy TEMPO, 5,7 lbs 4-Hydroxy Butyl Acrylat được trộn cho đến khi đồng nhất. Khi trộn, hỗn hợp TEMPO và HBA được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn bằng cách khuấy trong 5 phút. Khi trộn, 0,308 lbs axit metan sulfonic được bổ sung vào bình phản ứng cùng với 1,7 lbs chất trắng propyl axetat. Phản ứng được giữ ở nhiệt độ 85°C cho đến khi hơn 80% HBA được chuyển hóa. Sự chuyển hóa được theo dõi bằng sắc ký khí. Khi sự chuyển hóa HBA trên 80%, một lượng bổ sung gồm 0,154 lbs 4-Hydroxy TEMPO và 19,2 lbs n,n-Dimetyltetradexylamin (ADMA 14) được bổ sung vào bình phản ứng. Cuối cùng, 2,50 lbs Esacure one được hòa tan trong 25,00 lbs propyl axetat và được bổ sung vào bình phản ứng và được trộn. Polyme dung dịch tạo thành sau đó được tách bằng cách tháo và xả ra khỏi bình phản ứng. Khối lượng phân tử lý thuyết là Mn 76,125 g/mol với 10 nhóm anhydrit trên mỗi cuối mạch được chuyển hóa thành nhóm chức EN để tạo ra chất trước kết dính có thể hóa cứng dưới bức xạ quang hóa/tia cực tím.

Ví dụ 20: Chế phẩm của ví dụ 19 - Điều chế quy mô thí điểm polyme acrylic phân đoạn có nhóm chức EN bằng cách sử dụng chất phản ứng SFRP với 7,5 phần trăm chất dính (AK6-33)

Chất dính nhựa terpen phenolic được sử dụng là Dertophen T115 được mua từ DRT.

Bảng 9: Hiệu quả

		Ví dụ 19	Ví dụ 20	Đối chứng thương mại	Đối chứng thương mại
	Chất rắn	>99%	>99%	39%	26%
	Khối lượng phủ (gsm)	13,5	13,7	17,5	17,5
	Chất dính	0	7,5	0	0
Độ bám dính bóc tách 90°	Thủy tinh 1 giờ	0,29	0,56	0,71	0,67
	Thủy tinh 24 giờ	0,30	0,66	0,80	1,00
	PP 1 giờ	0,31	0,47	0,61	0,41
	PP 24 giờ	0,44	0,54	0,84	0,72
	PET 1 giờ	0,67	1,20	0,96	0,54
	PET 24 giờ	0,82	1,30	1,08	1,01

Ví dụ 21: Điều chế polyme acrylic phân đoạn có nhóm chức ancol sử dụng chất phản ứng SFRP Agent làm tiền chất để acryl hóa (KH5-39) (KH7-31)

Copolymer acrylic với các nhóm chức ancol phản ứng được đặt ở vị trí trong một phân đoạn liền kề với cuối mạch polymer được điều chế như sau. Nạp 10,55g BlocBuilderMA (chất phản ứng SFRP) vào bình phản ứng 1500ml được trang bị vỏ bọc nhiệt, máy khuấy, bình ngưng hồi lưu, bể cấp liệu và đầu vào khí nitơ. Bình phản ứng sau đó được làm trơ bằng nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Các monome và dung môi được bổ sung với lượng sau đây vào một bình cấp liệu và được làm trơ bằng nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Sau khi làm trơ, hỗn hợp monome và dung môi được bổ sung vào bình phản ứng để tạo ra đoạn liền kề với cuối mạch polymer.

99,73g Butyl Acrylat

38,78g Metyl Acrylat

7,98g 4-Hydroxy Butyl Acrylat

150,00g Propyl Axetat

Chất nạp trong bình phản ứng được làm nóng đến nhiệt độ 70°C (vỏ bình phản ứng đến nhiệt độ 81°C) để bắt đầu phản ứng BlocbuilderMA với các monome acrylat

ban đầu. Ở nhiệt độ 70°C, T=0 và giữ dưới 85°C trong 30 phút để hoàn thành phản ứng ban đầu. Ở điểm này, Blocbuilder MA được bổ sung các nhóm acrylat và được làm trơ cho đến nhiệt độ 100°C. Kết thúc thời gian giữ 30 phút, phản ứng được làm nóng đến điều kiện hồi lưu (vỏ bọc bình phản ứng 130°C) với quá trình làm sạch nito không đổi. Ở nhiệt độ 100°C, và bắt đầu giữ 60 phút trong đó phản ứng sẽ đạt đến hồi lưu trong quá trình giữ này ở nhiệt độ xấp xỉ 112°C. Điều này là để tạo ra phân đoạn nhóm chức ancol với M_n lý thuyết là 5,290 g/mol. Trong suốt 60 phút giữ, một hỗn hợp cấp chất phản ứng với sự làm sạch nito hoạt động gồm 250,00g propyl axetat, 349,05g Metyl Acrylat, và 897,55g Butyl Acrylat được cân vào bình cấp liệu và được làm trơ bằng nito ở tốc độ 0,5 lít/phút. Sau 60 phút giữ ban đầu, cấp liệu chất phản ứng được bổ sung vào trong khoảng thời gian 60 phút vào bình phản ứng ở tốc độ 2 gam/phút. Sau 60 phút cấp liệu, tốc độ được nghiêng đến 4,00 gam/phút trong 30 phút. Sau 30 phút ở tốc độ cấp liệu 2, tốc độ cấp liệu được tăng đến 8,00 gam/phút cho đến khi cấp liệu chất phản ứng bị cạn kiệt. Trong quá trình cấp liệu chất phản ứng, nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng 115-122°C. Các điều kiện phản ứng được duy trì sau khi hoàn thành cấp liệu chất phản ứng cho đến khi monomer còn lại ít hơn 1%. Điều này là để tạo ra phần còn lại của phân đoạn chức không ancol liền kề với phân khúc chức ancol ở cuối polyme. Tổng M_n theo lý thuyết của phân đoạn chức không-ancol là 45,019 g/mol. Polyme dung dịch tạo thành sau đó được làm lạnh đến nhiệt độ phòng và được xả ra khỏi bình phản ứng. Khối lượng phân tử theo lý thuyết là M_n 50,309 g/mol với 2 ancol trên một đầu cuối mạch.

Ví dụ 22-26 – Công thức gồm Ví dụ 21 với D-200 di-Isocyno Acrylat điều chế chất trước kết dính acrylic phân đoạn có nhóm chức EN sử dụng chất phản ứng SFRP (AK3-27)

Ví dụ 21 được tạo công thức với D200 được cung cấp bởi Allnex ở các tỉ lệ mol khác nhau của các nhóm chức isoxyanat với ancol và Dibutyl thiếc Dilaorat (DBTDL) được cung cấp bởi Sigma Aldrich.

Bảng 10

Ví dụ	Polyme bazo	Amt (g)	DRY (g)	Tỉ lệ NCO với OH	Gam d200	D200 soln AMT	DBTDL soln AMT
22	Ví dụ 21	31,86	26,26	1/2	0,57	5,72	1,31
23	Ví dụ 21	30,95	25,51	1/3	0,37	3,70	1,28
24	Ví dụ 21	31,75	26,17	1/4	0,28	2,85	1,31
25	Ví dụ 21	30,94	25,50	1/5	0,22	2,22	1,28
26	Ví dụ 21	30,71	25,31	1/6	0,18	1,84	1,27

DBTDL= 1% Trong toluen
D200= 10% Trong toluen
VD 21= 82,42% Trong propyl axetat

Bảng 11: Kết quả

65C trong 1 tuần					
Ví dụ	Tỉ lệ D200 so với OH	Hóa già/không hóa già	Có hóa cứng bởi tia cực tím?	% gel	*không có chất khởi đầu tia cực tím được bổ sung 1. được phủ và được sấy khô 2. % gel được đo
22	1/2	Không hóa già	Không	37,88%	
23	1/3	Không hóa già	Không	32,74%	
24	1/4	Không hóa già	Không	5,60%	
25	1/5	Không hóa già	Không	2,87%	
26	1/6	Không hóa già	Không	0,20%	
22	1/2	Hóa già	Không	46,62%	*không có chất khởi đầu tia cực tím được bổ sung 1. được phủ và được sấy khô 2. lớp phủ gia nhiệt được hóa già 3. % gel được đo
23	1/3	Hóa già	Không	28,03%	
24	1/4	Hóa già	Không	3,23%	
25	1/5	Hóa già	Không	3,79%	
26	1/6	Hóa già	Không	4,57%	

Ví dụ 27-31 – Công thức của Ví dụ 22-26 với chất quang hóa Irgacure 4265 để hóa cứng chất trước kết dính bởi tia cực tím (AK3-39)

Ví dụ 22-26 được tạo công thức với Irgacure 4265 được cung cấp bởi BASF với 1% trên nhựa khô cho các nghiên cứu hóa cứng.

Bảng 12

Ví dụ	Polyme bazo	Amt (g)	% tsc	DRY (g)	Dry 4265 (g)	% trên chất khô
27	Ví dụ 22	28,98	60%	17,388	0,17	1,0%
28	Ví dụ 23	29,7	60%	17,82	0,18	1,0%
29	Ví dụ 24	30,5	60%	18,3	0,18	1,0%
30	Ví dụ 25	27,41	60%	16,446	0,16	1,0%
31	Ví dụ 26	29,22	60%	17,532	0,17	1,0%

Bảng 13: Kết quả

65C trong 1 tuần					* chất khởi đầu tia cực tím được bổ sung 1. được phủ và được sấy khô 2. được hóa cứng thích hợp bởi tia UV sau khi phủ 3.% gel được đo
Ví dụ	Tỉ lệ D200 so với OH	Hóa già/không hóa già	Có hóa cứng bởi tia cực tím?	% gel	
27	1/2	Không hóa già	Có	58,40%	
28	1/3	Không hóa già	Có	41,39%	
29	1/4	Không hóa già	Có	23,58%	
30	1/5	Không hóa già	Có	16,89%	
31	1/6	Không hóa già	Có	4,30%	
27	1/2	Hóa già	Có	66,29%	* chất khởi đầu tia cực tím được bổ sung 1. được phủ và được sấy khô 2. được hóa cứng thích hợp bởi tia UV sau khi phủ 3. lớp phủ gia nhiệt được hóa già 4. % gel được đo
28	1/3	Hóa già	Có	51,94%	
29	1/4	Hóa già	Có	39,73%	
30	1/5	Hóa già	Có	32,85%	
31	1/6	Hóa già	Có	11,02%	
27	1/2	Hóa già	Có	55,39%	* chất khởi đầu tia cực

28	1/3	Hóa già	Có	37,58%	tím được bổ sung 1. các mẫu ướn già nhiệt được hóa già 2. được phủ và được sấy khô 3. được hóa cứng bởi tia UV 4. % gel được đo
29	1/4	Hóa già	Có	19,60%	
30	1/5	Hóa già	Có	10,52%	
31	1/6	Hóa già	Có	4,23%	
27	1/2	Hóa già	Không	39,53%	* chất khởi đầu tia cực tím được bổ sung 1. các mẫu ướn già nhiệt được hóa già 2. không hóa cứng bởi tia UV 3. % gel được đo
28	1/3	Hóa già	Không	17,70%	
29	1/4	Hóa già	Không	3,71%	
30	1/5	Hóa già	Không	4,76%	
31	1/6	Hóa già	Không	N/A	

Ví dụ 32: Điều chế polyme acrylic có nhóm chức ancol sử dụng chất phản ứng SFRP làm tiền chất để acryl hóa (KH7-31)

Copolymer acrylic với các nhóm chức ancol phản ứng được đặt ở vị trí trong một phân đoạn liền kề với cuối mạch polymer được điều chế như sau. Nạp 4,66g BlocBuilderMA (chất phản ứng SFRP) vào bình phản ứng 1500ml được trang bị vỏ bọc nhiệt, máy khuấy, bình ngưng hồi lưu, bể cấp liệu và đầu vào khí nitơ. Bình phản ứng sau đó được làm trơ bằng nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Các monome và dung môi được bổ sung với lượng sau đây vào một bình cấp liệu và được làm trơ bằng nitơ trong 1 giờ với tốc độ 0,5 lít/phút. Sau khi làm trơ, hỗn hợp monome và dung môi được bổ sung vào bình phản ứng để tạo ra đoạn liền kề với cuối mạch polymer.

61,13g Butyl Acrylat

61,16g 2-Etyl Hexyl Acrylat

3,52g 4-Hydroxy Butyl Acrylat

121,58g Propyl Axetat

Chất nạp trong bình phản ứng được làm nóng đến nhiệt độ 70°C (vỏ bình phản ứng đến nhiệt độ 81°C) để bắt đầu phản ứng BlocbuilderMA với các monome acrylat ban đầu. Ở nhiệt độ 70°C, T=0 và giữ dưới 85°C trong 30 phút để hoàn thành phản ứng ban đầu. Ở điểm này, Blocbuilder MA được bổ sung các nhóm acrylat và được làm trơ cho đến nhiệt độ 100°C. Kết thúc thời gian giữ 30 phút, phản ứng được làm nóng đến điều kiện hồi lưu (vỏ bọc bình phản ứng 130°C) với quá trình làm sạch nitơ không đổi. Ở nhiệt độ 100°C, và bắt đầu giữ 75 phút trong đó phản ứng sẽ đạt đến hồi lưu trong quá trình giữ này ở nhiệt độ xấp xỉ 112°C. Điều này là để tạo ra phân đoạn nhóm chức ancol với M_n lý thuyết là 10,283 g/mol. Trong suốt 75 phút giữ, một hỗn hợp cấp chất phản ứng với sự làm sạch nitơ hoạt động gồm 288,67g propyl axetat, 550,17g 2- Etyl Hexyl Acrylat, và 550,17g Butyl Acrylat được cân vào bình cấp liệu và được làm trơ bằng nitơ ở tốc độ 0,5 lít/phút. Sau 75 phút giữ ban đầu, cấp liệu chất phản ứng được bổ sung vào trong khoảng thời gian 60 phút vào bình phản ứng ở tốc độ 2 gam/phút. Sau 60 phút cấp liệu, tốc độ được nghiêng đến 6,00 gam/phút trong 30 phút. Sau 30 phút ở tốc độ cấp liệu 2, tốc độ cấp liệu được tăng đến 9,00 gam/phút cho đến khi cấp liệu chất phản ứng bị cạn kiệt. Trong quá trình cấp liệu chất phản ứng, nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng 115-122°C. Các điều kiện phản ứng được duy trì sau khi hoàn thành cấp liệu chất phản ứng cho đến khi đạt được sự chuyển hóa ít nhất 90% butyl acrylat và 2-ethylhexyl acrylat. Điều này là để tạo ra phần còn lại của phân đoạn chức không ancol liền kề với phân khúc chức ancol ở cuối polyme. Tổng M_n theo lý thuyết của phân đoạn chức không-ancol là 89,963 g/mol. Ở thời điểm này, polyme được làm lạnh đến nhiệt độ 85°C. Khi polyme ở 85°C, 2,46g tertiary amyl peroxy pivalat và 118,54g propyl axetat được trộn trong một bình cấp liệu 100 mL và được làm trơ trong 15 phút với nitơ ở tốc độ 0,5 lít/phút. Sau khi làm trơ, dung dịch pivalat được bổ sung vào bình phản ứng trong 30 phút. Khi hoàn thành cấp pivalat, nhiệt độ phản ứng được giữ ở khoảng giuruax 85°C và 90°C trong ít nhất 2 giờ. Polyme dung dịch tạo thành sau đó được làm lạnh đến nhiệt độ phòng và được xả ra khỏi bình phản ứng. Khối lượng phân tử theo lý thuyết là M_n 100,247 g/mol với 2 ancol trên một đầu cuối mạch.

Ví dụ 33-35– Chế phẩm của ví dụ 32 với D-200XP di-Isoxyano Acrylat và acrylat đa chức, điều chế chất trước kết dính acrylic được phân đoạn có nhóm chức EN bằng cách sử dụng chất phản ứng SFRP (AK7-35)

Acrylat đa chức được sử dụng là Pentaerythritol Tetra Acrylat (PETTA) được mua từ Sigma Aldrich.

D-200XP được cung cấp bởi Allnex và được bổ sung vào mỗi hỗn hợp ở tỉ lệ NCO so với OH là 1 với 4.

Dibutyl Thiếc Dilaorat (DBTDL) được mua từ Sigma Aldrich.

4-Hydroxy TEMPO được mua từ Sigma Aldrich.

Esacure One được mua từ IGM Resins.

Bảng 14

Ví dụ	Ví dụ 32 (g)	Tỉ lệ NCO với OH	D200 (g)	DBTDL (g)	MFA (g)	Chất quang hóa (g)	4 Hydroxy TEMPO (g)
33	30,37	1 với 4	0,125	0,226	0,622	2,26	0,113
34	24,14	1 với 4	0,099	0,18	0,54	1,8	0,09
35	32,01	1 với 4	0,132	0,239	0,6	2,38	0,12

D200= 100%

DBTDL= 10% trong toluen

MFA= 50% trong toluen

PI= 100%

4HTEMPO= 5% trong propyl axetat

Bảng 15: Kết quả

		Ví dụ 33	Ví dụ 34	Ví dụ 35	Đối chứng thương mại	Đối chứng thương mại
	Chất rắn	>99%	>99%	>99%	39%	26%
	Khối lượng phủ (gsm)	12,2	12,2	10,9	17,5	17,5
	MFA	1,25	1,375	1,5	0	0
Độ kết dính bóc tách ở 90°	Thủy tinh 1 giờ	0,5	0,64	0,53	0,71	0,67
	Thủy tinh 24 giờ	0,54	0,70	0,57	0,80	1,00
	PP 1 giờ	0,58	0,54	0,60	0,61	0,41
	PP 24 giờ	0,59	0,56	0,61	0,84	0,72
	PET 1 giờ	1,01	0,87	1,00	0,96	0,54
	PET 24 giờ	1,27	1,13	1,25	1,08	1,01

Nhiều lợi ích khác chắc chắn sẽ trở nên rõ ràng từ ứng dụng trong tương lai và sự phát triển của công nghệ này.

Các ví dụ khác phù hợp với các chỉ dẫn hiện tại được nêu trong các phương án sau.

Phương án 1. Chế phẩm bao gồm tiền chất và chất phản ứng, tiền chất bao gồm ít nhất một copolyme khối acrylic, ít nhất một copolyme khối acrylic bao gồm, phân đoạn phản ứng thứ nhất có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát chứa ít nhất một monome có nhóm chức được chọn từ nhóm gồm có nhóm chức tự phản ứng, một nhóm chức phản ứng, một nhóm chức không phản ứng, và các kết hợp của chúng; và, phân đoạn thứ hai có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát bao gồm ít nhất một monome có nhóm chức được chọn từ nhóm gồm có một nhóm chức phản ứng, một nhóm chức không phản ứng, và các kết hợp của chúng; trong đó ít nhất một trong các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic có thể trải qua phản ứng chức hóa sau polyme hóa với chất phản ứng để tạo ra ít nhất một copolyme khối acrylic có thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa, trong đó ít nhất một copolyme khối acrylic không chứa etylen không bão hòa.

Phương án 2. Chế phẩm theo phương án 1, trong đó ít nhất một copolyme khối acrylic không thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa.

Phương án 3. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1 hoặc 2, trong đó chất phản ứng chứa ít nhất một trong số liên kết đôi và nhóm chức, nhóm chức có thể phản ứng với ít nhất một trong số nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic.

Phương án 4. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-3, trong đó phản ứng chức hóa sau polyme hóa là phản ứng acryl hóa.

Phương án 5. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-4, trong đó phản ứng chức hóa sau polyme hóa tạo ra một liên kết etylen không bão hòa trên ít nhất một copolyme khối acrylic.

Phương án 6. Chế phẩm theo phương án 5, trong đó liên kết etylen không bão hòa là liên kết đôi.

Phương án 7. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-6, trong đó tiền chất tạo ra chế phẩm trước kết dính sau khi phản ứng chức hóa sau polyme hóa của ít nhất một copolyme khối acrylic.

Phương án 8. Chế phẩm theo phương án 7, trong đó chất trước kết dính ít nhất có thể liên kết ngang một phần khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa để tạo ra chất kết dính.

Phương án 9. Chế phẩm theo phương án 8, trong đó chất kết dính là chất kết dính nhạy áp lực.

Phương án 10. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-9, trong đó bức xạ quang hóa là ít nhất một trong số bức xạ tia cực tím và bức xạ chùm điện tử.

Phương án 11. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-10, trong đó chế phẩm không chứa dung môi.

Phương án 12. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-11, trong đó ít nhất một trong số tiền chất và chất trước kết dính thể hiện độ nhớt nằm trong khoảng từ 1.000 cps đến 80.000 cps ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 180°C.

Phương án 13. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-11, trong đó ít nhất một trong số tiền chất và chất trước kết dính thể hiện độ nhớt nằm trong khoảng từ 30.000 cps đến 40.000 cps ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 140°C.

Phương án 14. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-11, trong đó ít nhất một trong số tiền chất và chất trước kết dính thể hiện độ nhớt nằm trong khoảng từ 40.000 cps đến 50.000 cps ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 140°C.

Phương án 15. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-11, trong đó ít nhất một trong số tiền chất và chất trước kết dính thể hiện độ nhớt nằm trong khoảng từ 1.000 cps đến 15.000 cps ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 130°C.

Phương án 16. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-15, trong đó chất trước kết dính trước khi hoạt hóa không chứa dung môi và thể hiện ít hơn khoảng 7,5% gel.

Phương án 17. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-16, trong đó chất trước kết dính trước khi hoạt hóa thể hiện ít hơn khoảng 7,5% gel ở khoảng 99% chất rắn hoặc nhiều hơn.

Phương án 18. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-16, trong đó chất trước kết dính trước khi hoạt hóa thể hiện ít hơn khoảng 7,5% gel ở 100% chất rắn.

Phương án 19. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-18, trong đó phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng và ít nhất một comonome có khả năng polyme hóa có một nhóm chức có thể liên kết ngang, nhóm chức có thể liên kết ngang bao gồm nhóm chức tự phản ứng và một nhóm chức phản ứng.

Phương án 20. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-18, trong đó phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng và ít nhất một comonome có khả năng polyme hóa có một nhóm chức có thể liên kết ngang, nhóm chức có thể liên kết ngang bao gồm nhóm chức tự phản ứng.

Phương án 21. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-18, trong đó phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng và ít nhất một comonome có khả năng polyme hóa có một nhóm chức có thể liên kết ngang, nhóm chức có thể liên kết ngang bao gồm một nhóm chức phản ứng.

Phương án 22. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-21, trong đó phân đoạn thứ hai chứa ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng và ít nhất một monome có một nhóm chức phản ứng.

Phương án 23. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-21, trong đó phân đoạn thứ hai bao gồm ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng.

Phương án 24. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-23, trong đó ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất là cùng loại monome có một nhóm chức không phản ứng có mặt trong phân đoạn thứ hai.

Phương án 25. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-24, trong đó ít nhất một monome có một nhóm chức phản ứng trong phân đoạn phản ứng thứ nhất là cùng loại monome có một nhóm chức phản ứng có mặt trong phân đoạn thứ hai.

Phương án 26. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-25, trong đó nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic mà trải qua phản ứng sau polyme hóa là loại nhóm chức khác với nhóm chức của chất phản ứng.

Phương án 27. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-25, trong đó nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic mà trải qua phản ứng sau polyme hóa là loại nhóm chức giống với nhóm chức của chất phản ứng.

Phương án 28. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-27, trong đó ít nhất một monome có một nhóm chức phản ứng bao gồm ít nhất một monome chức hóa được bắt nguồn từ công thức (I):



trong đó R_3 là H hoặc CH_3 và R_4 là X, trong đó X chứa một nhóm chức có khả năng liên kết ngang, trong đó nhóm chức bao gồm bao gồm ít nhất một nhóm chức được chọn từ nhóm gồm có hydroxyl, carboxyl, carbonyl, este carbonat, isoxyanat, epoxy, vinyl, amin, amit, imit, anhydrit, thiol, axit, acrylamit, các nhóm axetoaxetyl, alkoxymetylol, các nhóm ete vòng, và các kết hợp của chúng.

Phương án 29. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-28, trong đó ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng bao gồm ít nhất một monome được bắt nguồn từ công thức (I):



trong đó R_3 là H hoặc CH_3 và R_4 là nhóm alkyl mạch nhánh hoặc không nhánh, bão hòa có từ 4 đến 14 nguyên tử cacbon.

Phương án 30. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-29, trong đó ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng được bắt nguồn từ C_1 đến C_{20} alkyl, aryl, hoặc acrylat vòng hoặc C_1 đến C_{20} alkyl, aryl, hoặc metacrylat vòng.

Phương án 31. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-30, trong đó phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa khoảng từ 40% đến 99% theo khối lượng của ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng.

Phương án 32. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-31, trong đó ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng không phản ứng ít nhất một trong số nhóm chức tự phản ứng và nhóm chức phản ứng.

Phương án 33. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-32, trong đó nhóm chức tự phản ứng được chọn từ nhóm gồm có silyl, silan, anhydrit, epoxy, alkoxymetylol, ete vòng, các nhóm axetoaxetyl, isoxyanat, este vòng, và thiol.

Phương án 34. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-33, trong đó nhóm chức phản ứng được chọn từ nhóm gồm có hydroxyl, carboxyl, carbonyl, este carbonat, isoxyanat, epoxy, vinyl, amin, amit, imit, anhydrit, thiol, axit, acrylamit, các nhóm axetoaxetyl, alkoxymetylol, các nhóm ete vòng, và các kết hợp của chúng.

Phương án 35. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-34, trong đó nhóm chức của chất phản ứng được chọn từ nhóm gồm có hydroxyl, carboxyl, carbonyl, este carbonat, isoxyanat, epoxy, vinyl, amin, amit, imit, anhydrit, thiol, axit, acrylamit, các nhóm axetoaxetyl, alkoxymetylol, các nhóm ete vòng, và các kết hợp của chúng.

Phương án 36. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-35, trong đó tiền chất có độ đa phân tán lớn hơn 3,0.

Phương án 37. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-36, trong đó ít nhất một trong số tiền chất và chế phẩm trước kết dính có khối lượng phân tử trung bình số (Mn) nằm trong khoảng từ 5.000 g/mol đến 300.000 g/mol.

Phương án 38. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-37, trong đó ít nhất một copolyme khối acrylic chứa hai phân đoạn phản ứng thứ nhất A và một phân đoạn thứ hai B.

Phương án 39. Chế phẩm theo phương án 38, trong đó phân đoạn A được định vị ở hai bên của đoạn giữa B trên chuỗi polyme để xác định cấu trúc ABA.

Phương án 40. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-37, trong đó ít nhất một copolyme khối acrylic chứa hai phân đoạn thứ hai B và một phân đoạn phản ứng thứ nhất A.

Phương án 41. Chế phẩm theo phương án 40, trong đó các khối B được định vị ở hai bên của khối A ở giữa trên chuỗi polyme để xác định cấu trúc BAB.

Phương án 42. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-41, trong đó phân đoạn phản ứng thứ nhất và phân đoạn thứ hai có thể trộn lẫn về mặt phân tử trước khi hóa cứng hoặc trước khi liên kết ngang như được thể hiện bởi các tính chất của chúng ở trạng thái công kênh mà là dấu hiệu của polyme đơn pha.

Phương án 43. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-42, trong đó ít nhất một trong số tiền chất và chế phẩm trước kết dính là polyme đồng nhất (đơn pha) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15°C đến 200°C.

Phương án 44. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-42, trong đó ít nhất một trong số tiền chất và chế phẩm trước kết dính là polyme lỏng đồng nhất (đơn pha) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15°C đến 200°C.

Phương án 45. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-44, trong đó chế phẩm còn bao gồm ít nhất một thành phần được chọn từ nhóm gồm có chất nhuộm, chất dính, chất dẻo hóa, chất độn, chất pha loãng, chất ức chế, chất làm nhạy, chất liên kết ngang, chất khởi đầu, chất khởi đầu bức xạ quang hóa, chất xúc tác, chất chống oxy hóa, chất kiểm soát độ pH, dược phẩm, chất diệt khuẩn, các yếu tố tăng trưởng, các thành phần chữa lành vết thương, chất khử mùi, nước hoa, thuốc chống vi trùng, thuốc diệt nấm, chất cắt, chất làm chậm cháy, và các kết hợp của chúng.

Phương án 46. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-45, trong đó chế phẩm còn bao gồm (met)acrylat đa chức.

Phương án 47. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 8 và 9, trong đó chất kết dính thể hiện mô đun đàn hồi /lưu trữ (G') ít hơn giá trị tiêu chuẩn Dahlquist 3×10^6 dynes/cm² (3×10^5 Pa) ở nhiệt độ phòng như được xác định bởi phân tích cơ học động.

Phương án 48. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 8 và 9, trong đó chất kết dính thể hiện mô đun cắt đoạn bằng ở nhiệt độ 25°C và 1 radian trên giây nằm giữa 1×10^5 và 6×10^6 dynes/cm² khi được xác định bằng phân tích cơ học động.

Phương án 49. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 8, 9, 47 và 48, trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) của chế phẩm kết dính nằm trong khoảng từ 15°C đến -115°C .

Phương án 50. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-49, trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) của tiền chất nằm trong khoảng từ 15°C đến -115°C .

Phương án 51. Chế phẩm bao gồm tiền chất theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-50; và một monome có nhóm chức acryl hóa, trong đó ít nhất một trong số các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic có thể trải qua phản ứng chức hóa sau polyme hóa với nhóm chức acryl hóa để tạo thành ít nhất một copolyme khối acrylic có thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa.

Phương án 52. Phương pháp chế tạo chế phẩm trước kết dính có thể hóa cứng khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa, phương pháp bao gồm cung cấp tiền chất theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-50, biến đổi ít nhất một phần các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic để tạo ra chế phẩm trước kết dính, trong đó việc biến đổi tạo ra các liên kết etylen không bão hòa trên ít nhất một copolyme acrylic mà khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa, có tác dụng hóa cứng chế phẩm trước kết dính để tạo ra chế phẩm kết dính.

Phương án 53. Phương pháp theo phương án 52 trong đó chất kết dính là chất kết dính nhạy áp lực.

Phương án 54. Chế phẩm kết dính được tạo ra bởi phương pháp theo phương án 52.

Phương án 55. Chế phẩm kết dính theo phương án 54, trong đó chất kết dính là chất kết dính nhạy áp lực.

Phương án 56. Phương pháp tạo ra chế phẩm kết dính bao gồm cung cấp chế phẩm trước kết dính bao gồm tiền chất theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-50, trong đó ít nhất một phần các nhóm chức của chế phẩm trước kết dính gồm có các liên kết etylen không bão hòa, cho tiếp xúc chế phẩm trước kết dính với bức xạ quang hóa

để theo đó hóa cứng ít nhất một phần chế phẩm trước kết dính và tạo ra chế phẩm kết dính.

Phương án 57. Phương pháp theo phương án 56 trong đó các liên kết etylen không bão hòa được tạo ra bằng cách biến đổi ít nhất một phần các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic.

Phương án 58. Phương pháp theo phương án 56 hoặc 57 trong đó chất kết dính là chất kết dính nhạy áp lực.

Phương án 59. Chế phẩm chứa tiền chất theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-50; chất phản ứng, chất quang hóa, và chất xúc tác tùy ý, trong đó ít nhất một trong số các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic có thể trải qua phản ứng chức hóa sau polyme hóa với chất phản ứng để tạo ra ít nhất một copolyme khối acrylic có thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa, trong đó ít nhất một copolyme khối acrylic không chứa etylen không bão hòa.

Phương án 60. Chế phẩm theo phương án 59, trong đó chất phản ứng chứa ít nhất một trong số liên kết đôi và nhóm chức, nhóm chức có thể phản ứng với ít nhất một trong số các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic.

Phương án 61. Chế phẩm theo phương án 60, trong đó nhóm chức của chất phản ứng được chọn từ nhóm gồm có hydroxyl, carboxyl, carbonyl, este carbonat, isoxyanat, epoxy, vinyl, amin, amit, imit, anhydrit, thiol, axit, acrylamit, các nhóm axetoaxetyl, alkoxymetylol, các nhóm ete vòng, và các kết hợp của chúng.

Phương án 62. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 59-61, trong đó nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic mà trải qua phản ứng sau polyme hóa là loại nhóm chức khác với nhóm chức của chất phản ứng.

Phương án 63. Chế phẩm theo phương án bất kỳ trong các phương án 59-61, trong đó nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic mà trải qua phản ứng sau polyme hóa là cùng loại nhóm chức với nhóm chức của chất phản ứng.

Phương án 64. Chất trước kết dính bao gồm tiền chất theo phương án bất kỳ trong các phương án 1-50 bao gồm chức hóa sau polyme hóa ít nhất một copolyme khối acrylic.

Phương án 65. Chất kết dính nhạy áp lực bao gồm ít nhất một chất trước kết dính được liên kết ngang một phần theo phương án 64.

Tất cả các bằng sáng chế, đơn đăng ký sáng chế và tiêu chuẩn được ghi chú ở đây đều được kết hợp bằng cách tham chiếu với tính toàn vẹn của nó.

Sáng chế bao gồm tất cả các kết hợp có thể thực hiện của các đặc điểm và khía cạnh được mô tả trong sáng chế. Do đó, ví dụ nếu một đặc điểm được mô tả kết hợp với một phương án và một đặc điểm khác được mô tả kết hợp với một phương án khác, sẽ được hiểu rằng sáng chế bao gồm các phương án có sự kết hợp của các đặc điểm này.

Khi được mô tả trong sáng chế, sáng chế giải quyết được nhiều vấn đề liên quan đến các chiến lược, hệ thống và thiết bị trước đây. Tuy nhiên, sẽ được hiểu rõ rằng những thay đổi khác nhau trong các chi tiết, vật liệu và cách sắp xếp các thành phần, được mô tả trong tài liệu này và được minh họa để giải thích bản chất của sáng chế, có thể được thực hiện bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật mà không lệch ra khỏi nguyên tắc và phạm vi của đối tượng được yêu cầu bảo hộ, như được thể hiện trong các yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Yêu cầu bảo hộ

1. Chế phẩm để tạo ra chế phẩm trước kết dính, chế phẩm này bao gồm:

tiền chất và chất phản ứng,

tiền chất bao gồm ít nhất một copolyme khối acrylic, ít nhất một copolyme khối acrylic bao gồm

phân đoạn phản ứng thứ nhất có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát chứa ít nhất một monome có nhóm chức được chọn từ nhóm gồm có nhóm chức tự phản ứng, một nhóm chức phản ứng, một nhóm chức không phản ứng, và các kết hợp của chúng; và

phân đoạn thứ hai có khối lượng phân tử và vị trí được kiểm soát bao gồm ít nhất một monome có nhóm chức được chọn từ nhóm gồm có một nhóm chức phản ứng, một nhóm chức không phản ứng, và các kết hợp của chúng;

trong đó ít nhất một trong các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic có thể trải qua phản ứng chức hóa sau polyme hóa với chất phản ứng để tạo ra ít nhất một copolyme khối acrylic có thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa,

trong đó ít nhất một copolyme khối acrylic không chứa etylen không bão hòa;

trong đó nhóm chức tự phản ứng được chọn từ nhóm gồm có silyl, silan, anhydrit, epoxy, alkoxymethylol, ete vòng, các nhóm axetoaxetyl, isoxyanat, este vòng, và thiol; và

trong đó ít nhất một monome có nhóm chức không phản ứng được dẫn xuất từ C1 đến C20 alkyl, aryl, acrylat vòng hoặc C1 đến C20 alkyl, aryl, hoặc metacrylat vòng.

2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó một hoặc nhiều tuyên bố (A) và (B) sau đây áp dụng:

(A) ít nhất một copolyme khối acrylic không thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa;

(B) chất phản ứng chứa ít nhất một trong các liên kết đôi và một nhóm chức, nhóm chức có khả năng phản ứng với ít nhất một trong các nhóm chức của ít nhất một copolymer khối acrylic.

3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc 2, trong đó một hoặc nhiều tuyên bố từ (A) đến (C) sau đây áp dụng:

(A) phản ứng chức hóa sau polymer hóa là phản ứng acryl hóa;

(B) phản ứng chức hóa sau polymer hóa tạo ra một liên kết etylen không bão hòa trên ít nhất một copolymer khối acrylic;

(C) liên kết etylen không bão hòa là liên kết đôi.

4. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-3, trong đó một hoặc nhiều tuyên bố từ (A) đến (C) sau đây áp dụng:

(A) tiền chất tạo ra chế phẩm trước kết dính sau khi phản ứng chức hóa sau polymer hóa của ít nhất một copolymer khối acrylic;

(B) chế phẩm trước kết dính ít nhất có thể liên kết ngang một phần khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa để tạo ra chất kết dính, tùy ý trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) của chế phẩm kết dính nằm trong khoảng từ 15°C đến -115°C trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh được xác định theo phương pháp được nêu trong bản mô tả;

(C) chất kết dính là chất kết dính nhạy áp lực, tùy ý trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) của chế phẩm kết dính nằm trong khoảng từ 15°C đến -115°C trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh được xác định theo phương pháp được nêu trong bản mô tả.

5. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-4, trong đó một hoặc nhiều tuyên bố từ (A) đến (E) sau đây áp dụng:

(A) bức xạ quang hóa là ít nhất một trong các bức xạ tia cực tím và bức xạ chùm điện tử;

(B) chế phẩm không chứa dung môi;

(C) ít nhất một trong số tiền chất và chất trước kết dính thể hiện độ nhớt nằm trong khoảng từ 1.000 mPa·s đến 80.000 mPa·s (1.000 cps đến 80.000 cps) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 180°C, trong đó độ nhớt được xác định theo phương pháp được nêu trong bản mô tả;

(D) chất trước kết dính trước khi hoạt hóa thể hiện ít hơn khoảng 7,5% gel ở khoảng 99% chất rắn hoặc nhiều hơn;

(E) nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic mà trải qua phản ứng sau polyme hóa là loại nhóm chức khác với nhóm chức của chất phản ứng;

hoặc nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic mà trải qua phản ứng sau polyme hóa là loại nhóm chức giống với nhóm chức của chất phản ứng.

6. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-5, trong đó một hoặc nhiều các tuyên bố từ (A) đến (C) sau đây áp dụng:

(A) phân đoạn phản ứng thứ nhất chứa từ khoảng 40% đến 99% theo khối lượng của ít nhất một monome có một nhóm chức không phản ứng;

(B) nhóm chức phản ứng được chọn từ nhóm gồm có hydroxyl, carboxyl, carbonyl, este carbonat, isoxyanat, epoxy, vinyl, amin, amit, imit, anhydrit, thiol, axit, acrylamit, các nhóm axetoaxetyl, alkoxymetylol, các nhóm ete vòng, và các kết hợp của chúng;

(C) nhóm chức của chất phản ứng được chọn từ nhóm gồm có hydroxyl, carboxyl, carbonyl, este carbonat, isoxyanat, epoxy, vinyl, amin, amit, imit, anhydrit, thiol, axit, acrylamit, các nhóm axetoaxetyl, alkoxymetylol, các nhóm ete vòng, và các kết hợp của chúng.

7. Chế phẩm theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-6, trong đó một hoặc nhiều các tuyên bố từ (A) đến (D) sau đây áp dụng:

(A) phân đoạn phản ứng thứ nhất và phân đoạn thứ hai là có thể trộn lẫn về mặt phân tử trước khi hóa cứng hoặc trước khi liên kết ngang như được biểu hiện bởi các tính chất của chúng ở trạng thái công kênh mà là dấu hiệu của polyme đơn pha;

(B) ít nhất một trong số tiền chất và chế phẩm trước kết dính là polyme đồng nhất (đơn pha) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15°C đến 200°C;

(C) chế phẩm còn bao gồm ít nhất một thành phần được chọn từ nhóm gồm có chất nhuộm, chất dính, chất dẻo hóa, chất độn, chất pha loãng, chất ức chế, chất làm nhạy, chất liên kết ngang, chất khởi đầu, chất khởi đầu bức xạ quang hóa, chất xúc tác, chất chống oxy hóa, chất kiểm soát độ pH, dược phẩm, chất diệt khuẩn, các yếu tố tăng trưởng, các thành phần chữa lành vết thương, chất khử mùi, nước hoa, thuốc chống vi trùng, thuốc diệt nấm, chất cắt, chất làm chậm cháy, và các kết hợp của chúng;

(D) nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh (T_g) của chế phẩm kết dính nằm trong khoảng từ 15°C đến -115°C trong đó nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh được xác định theo phương pháp được nêu trong bản mô tả.

8. Phương pháp chế tạo chế phẩm trước kết dính có khả năng hóa cứng khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa, phương pháp bao gồm:

cung cấp tiền chất được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-7;

biến đổi ít nhất một phần các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic để tạo ra chế phẩm trước kết dính, trong đó việc biến đổi tạo ra các liên kết etylen không bão hòa trên ít nhất một copolyme acrylic mà khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa, có tác dụng hóa cứng chế phẩm trước kết dính để theo đó tạo ra chế phẩm kết dính.

9. Phương pháp theo điểm 8 trong đó chất kết dính là chất kết dính nhạy áp lực.

10. Chế phẩm kết dính được tạo ra theo phương pháp được xác định theo điểm 8, tùy ý trong đó chất kết dính là nhạy áp lực.

11. Phương pháp chế tạo chế phẩm kết dính bao gồm:

cung cấp chế phẩm trước kết dính bao gồm tiền chất được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-7, trong đó ít nhất một phần các nhóm chức của chế phẩm trước kết dính bao gồm các liên kết etylen không bão hòa;

cho chế phẩm trước kết dính tiếp xúc với bức xạ quang hóa để theo đó ít nhất hóa cứng một phần chế phẩm trước kết dính và tạo ra chế phẩm kết dính.

12. Phương pháp theo điểm 11 trong đó một hoặc nhiều tuyên bố (A) và (B) sau đây được áp dụng:

(A) các liên kết etylen không bão hòa được tạo ra bằng cách biến đổi ít nhất một phần các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic;

(B) chất kết dính là chất kết dính nhạy áp lực.

13. Chế phẩm để tạo ra chất kết dính, chế phẩm bao gồm:

tiền chất được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-7;

chất phản ứng,

chất quang hóa, và tùy ý

chất xúc tác,

trong đó ít nhất một trong các nhóm chức của ít nhất một copolyme khối acrylic có thể trải qua phản ứng chức hóa sau polyme hóa với chất phản ứng để tạo ra ít nhất một copolyme khối acrylic có thể liên kết ngang khi tiếp xúc với bức xạ quang hóa,

trong đó ít nhất một copolyme khối acrylic không chứa etylen không bão hòa.

14. Chất trước kết dính bao gồm tiền chất được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-7 bao gồm ít nhất một copolyme khối acrylic được chức hóa sau polyme hóa.
15. Chất kết dính nhạy áp lực bao gồm ít nhất một chất trước kết dính được liên kết ngang một phần được xác định theo điểm 14.

1/13

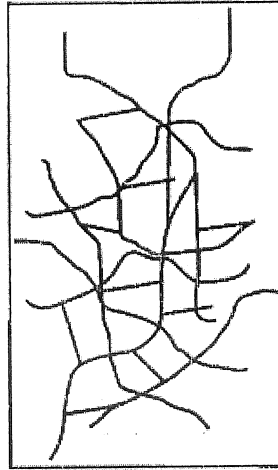


FIG. 1

2/13

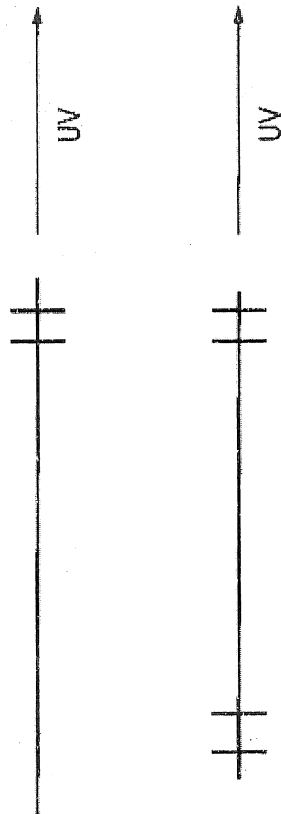
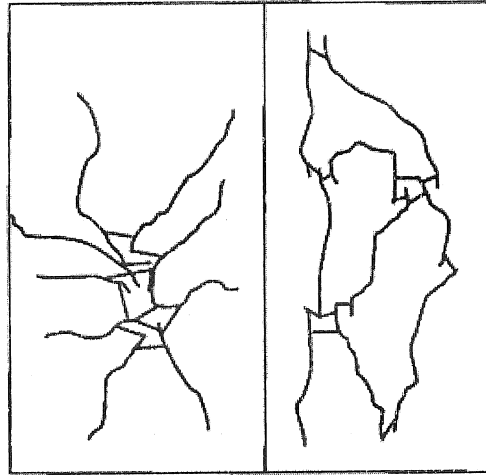


FIG. 2

3/13

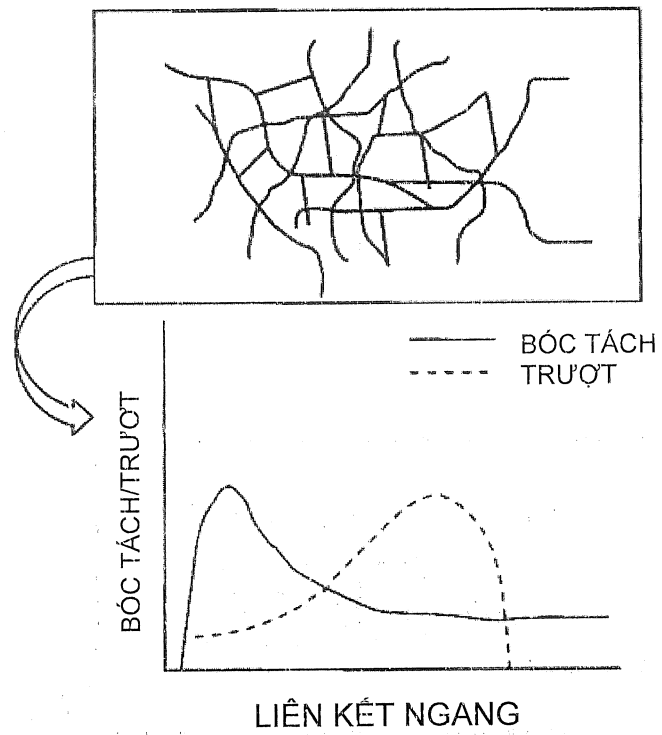


FIG. 3

4/13

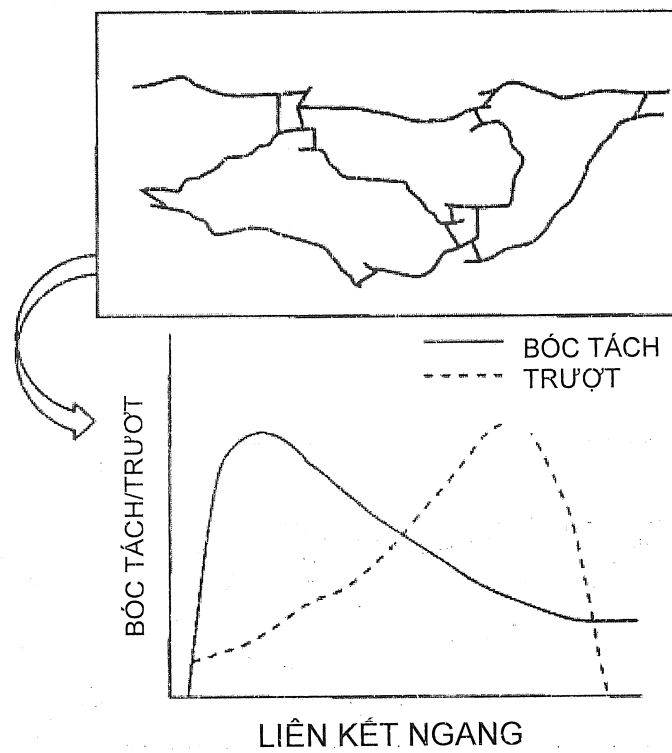


FIG. 4

5/13

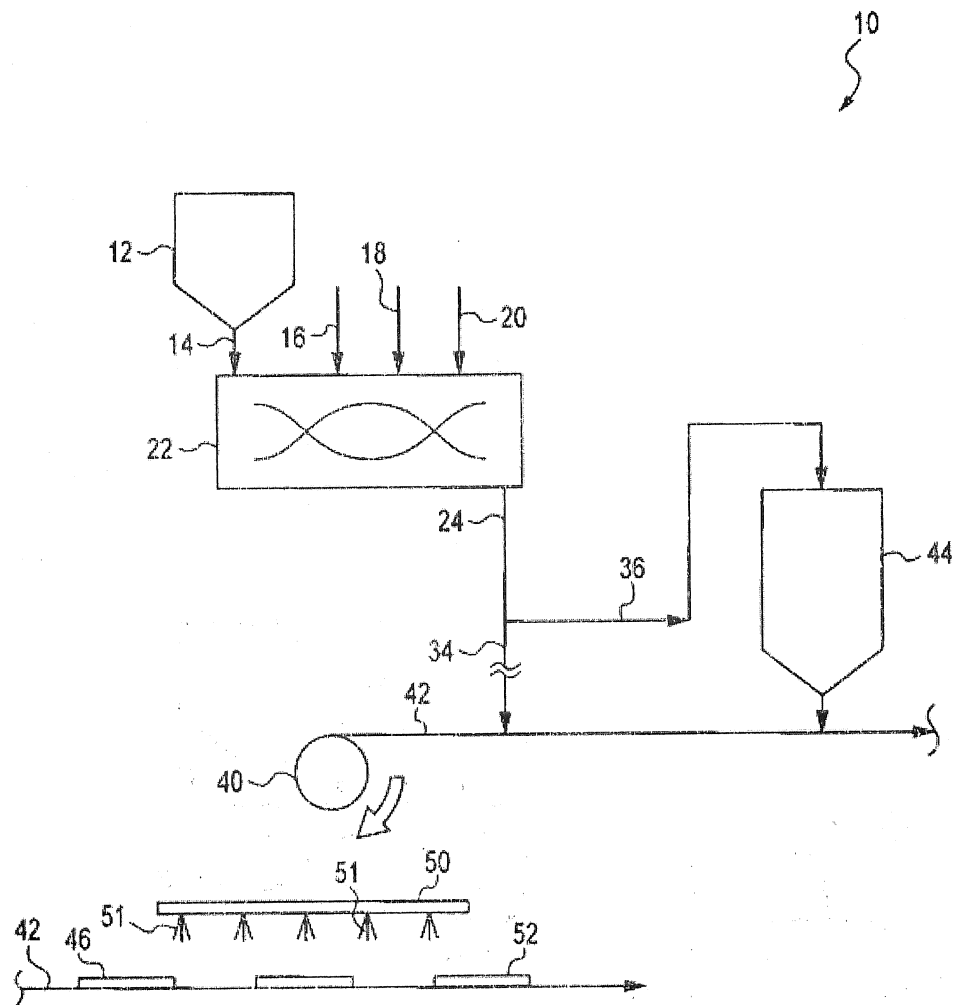


FIG. 5

6/13

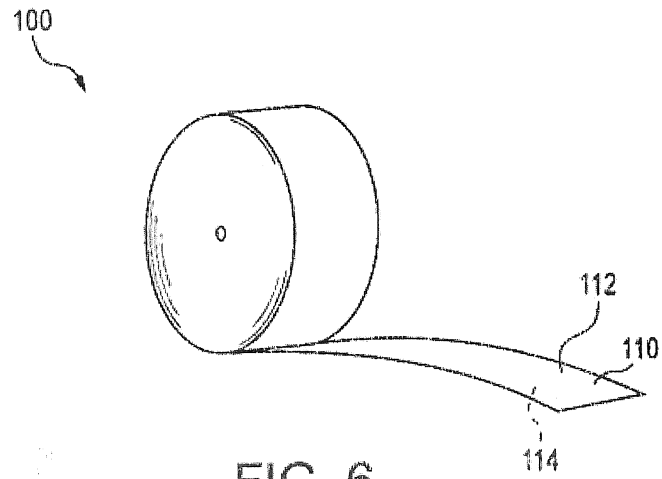


FIG. 6

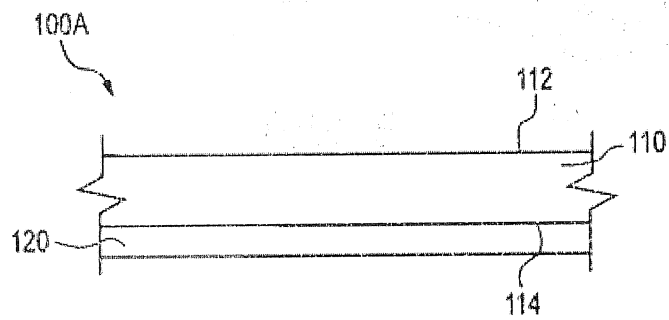


FIG. 7

7/13

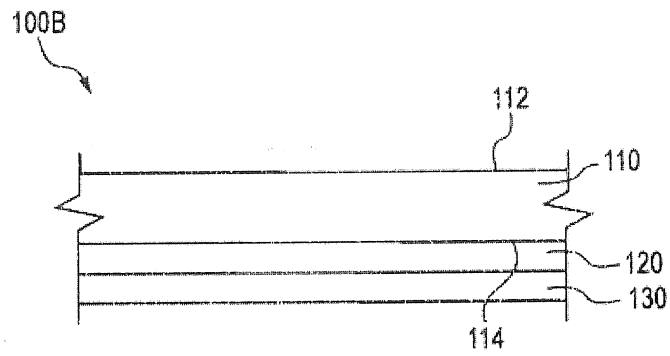


FIG. 8

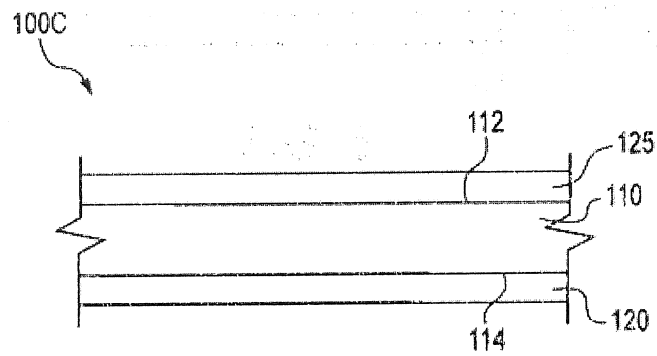


FIG. 9

8/13

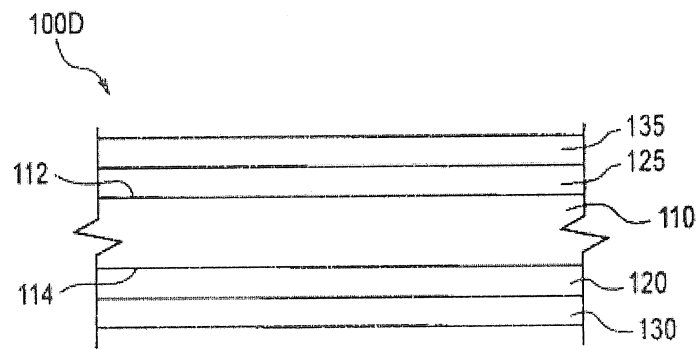


FIG. 10

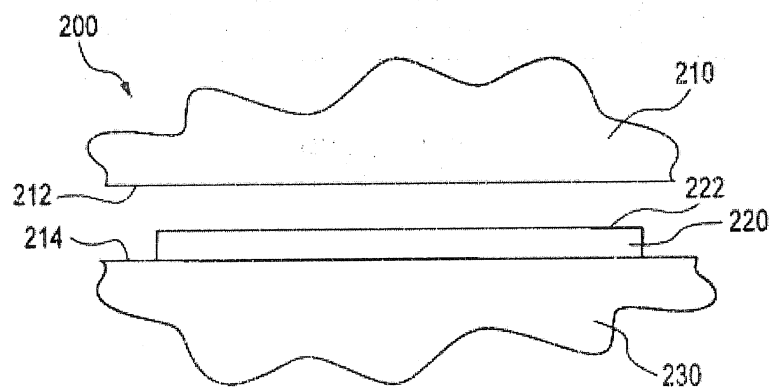


FIG. 11

9/13

Độ nhớt nóng chảy so với nhiệt độ đối với Ví dụ 1

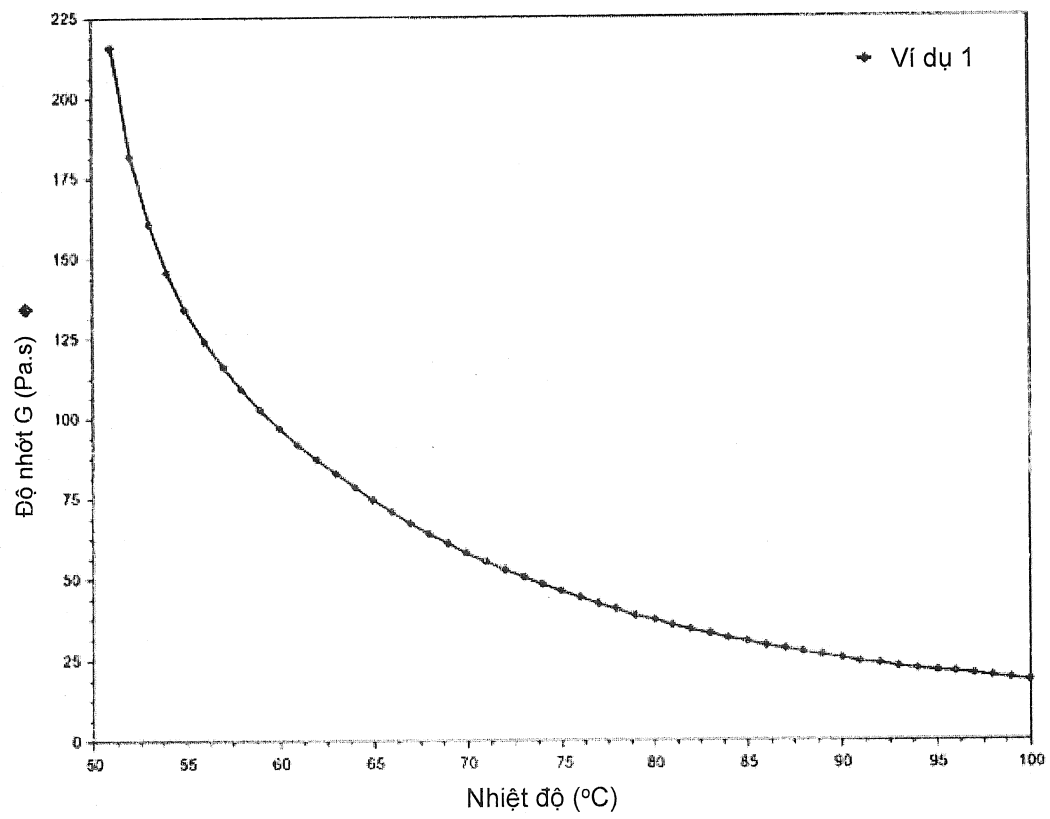


FIG. 12

10/13

Độ nhớt nóng chảy so với nhiệt độ đối với Ví dụ 4

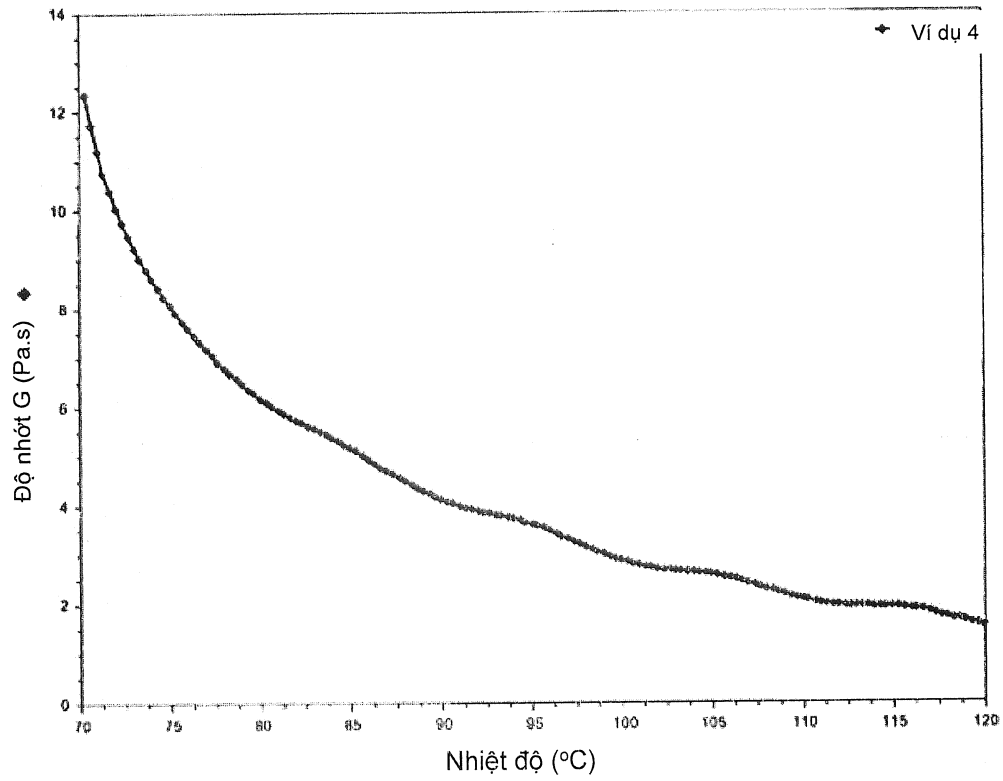


FIG. 13

11/13

Độ nhớt nóng chảy so với nhiệt độ đối với Ví dụ 17

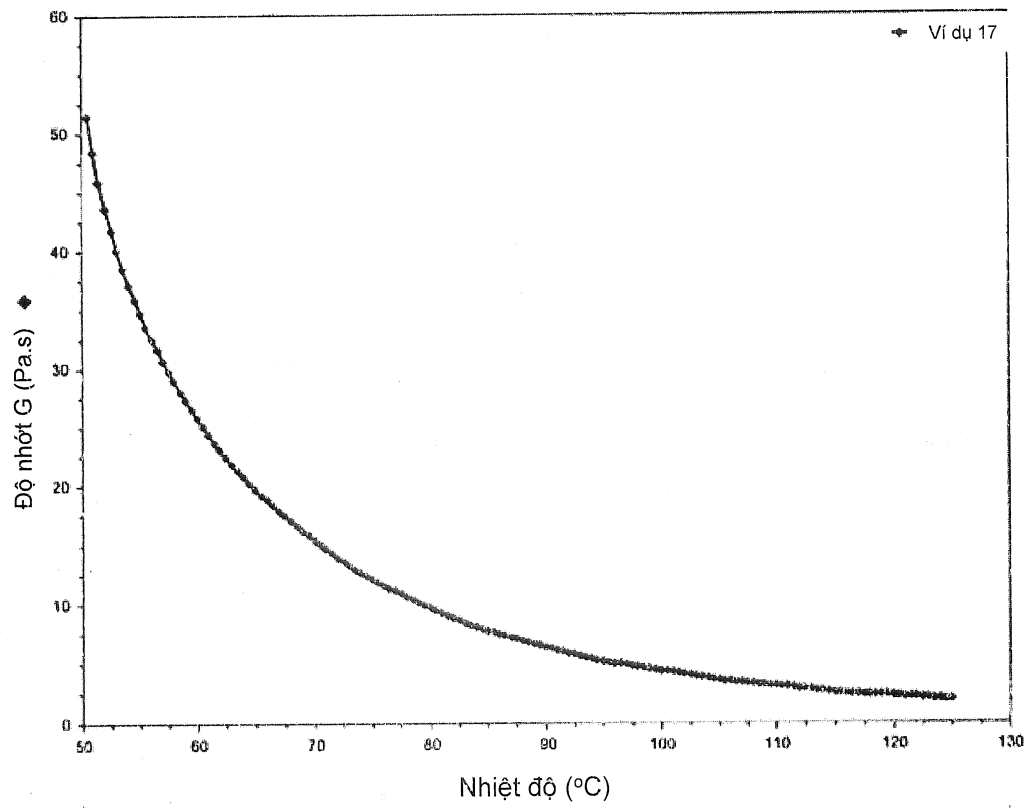


FIG. 14

12/13

Tan (δ) so với nhiệt độ đối với các ví dụ 29-31 và các đối chứng thương mại

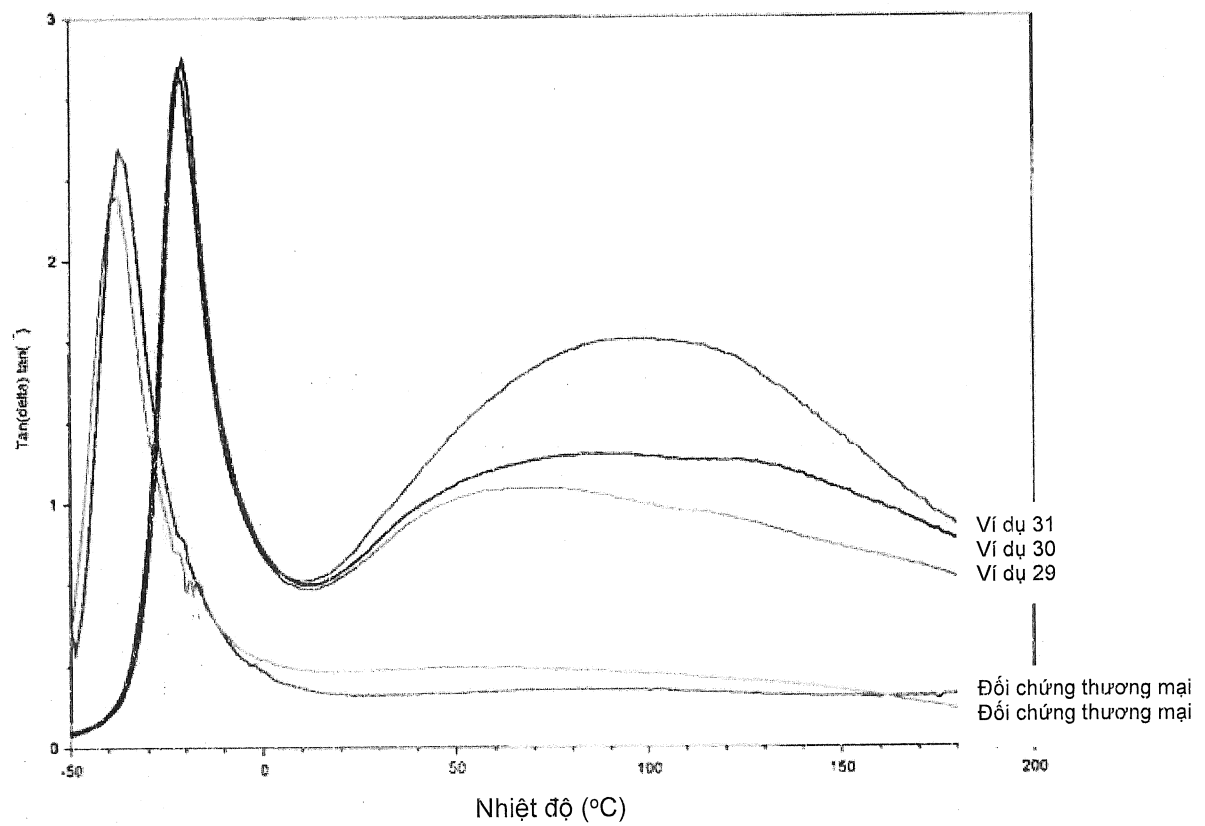


FIG. 15

13/13

Mô đun đàn hồi/lưu trữ so với nhiệt độ đối với các ví dụ 29-31 và các đối chứng thương mại

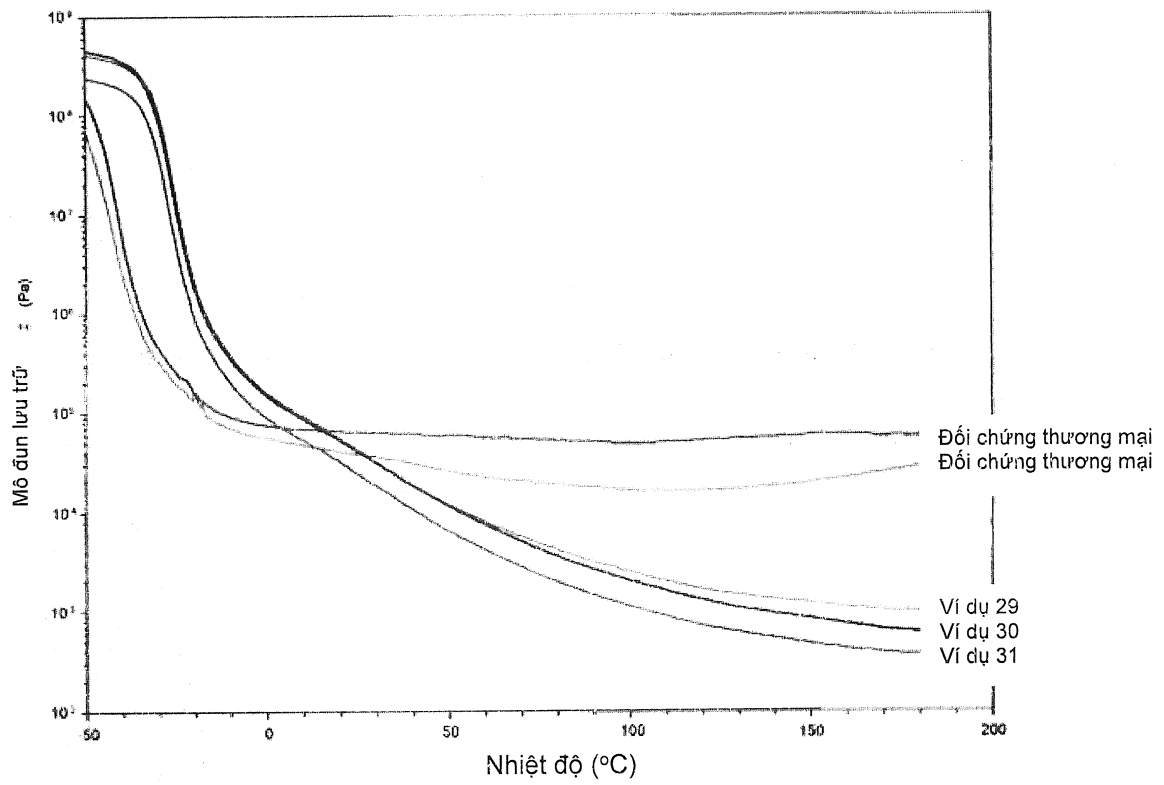


FIG. 16