



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

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

(11)



1-0048999

(51)^{2021.01} B29C 41/36; A41D 19/04; B29C 41/14; (13) B
C08L 63/00; C08G 59/42; C08K 3/22;
C08L 13/00; A41D 19/00; C08F 236/04

(21) 1-2022-06856

(22) 30/03/2021

(86) PCT/JP2021/013597 30/03/2021

(87) WO 2021/200984 07/10/2021

(30) 2020-065224 31/03/2020 JP; 2020-161304 25/09/2020 JP

(45) 25/07/2025 448

(43) 26/12/2022 417A

(73) 1. MIDORI ANZEN CO., LTD. (JP)

4-3, Hiroo 5-chome, Shibuya-ku, Tokyo 1508455 Japan

2. BST SPECIALTY CO., LTD. (TH)

175 Sathorn City Tower 10/1 Fl., South Sathorn Rd., Thungmahamek, Sathorn,
Bangkok, 10120 Thailand

(72) ENOMOTO, Norihide (JP); MORINAGA, Atsushi (JP); OTA, Hisanori (JP).

(74) CÔNG TY LUẬT TRÁCH NHIỆM HỮU HẠN AMBYS HÀ NỘI (AMBYS
HANOI)

(54) CHẾ PHẨM ĐÚC NHÚNG, SẢN PHẨM ĐÚC VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT
SẢN PHẨM ĐÚC NHÚNG

(21) 1-2022-06856

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm đúc nhúng có chứa ít nhất: chất đàn hồi cao su nitril có chứa nhóm carboxyl; chất tạo liên kết ngang epoxy chứa hợp chất epoxy có chứa ba nhóm ete glycidyl trở lên trong một phân tử và có khung cơ bản chứa hydrocarbon mạch hở, béo hoặc thơm; và chất điều chỉnh độ pH. Trong chế phẩm đúc nhúng này, chất đàn hồi chứa đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome dien liên hợp với lượng từ 50% trọng lượng trở lên, 78% trọng lượng trở xuống, đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome nitril không bão hòa etylen với lượng từ 20% trọng lượng trở lên, 30% trọng lượng trở xuống và đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ axit carboxylic không bão hòa etylen với lượng từ 3,5% trọng lượng trở lên, 6% trọng lượng trở xuống; chất đàn hồi có hàm lượng không hòa tan trong MEK với lượng từ 60% trọng lượng trở lên, 80% trọng lượng trở xuống; và chất tạo liên kết ngang epoxy có tỷ lệ phân phối metyl isobutyl xeton (MIBK)/nước từ 50% trở lên.

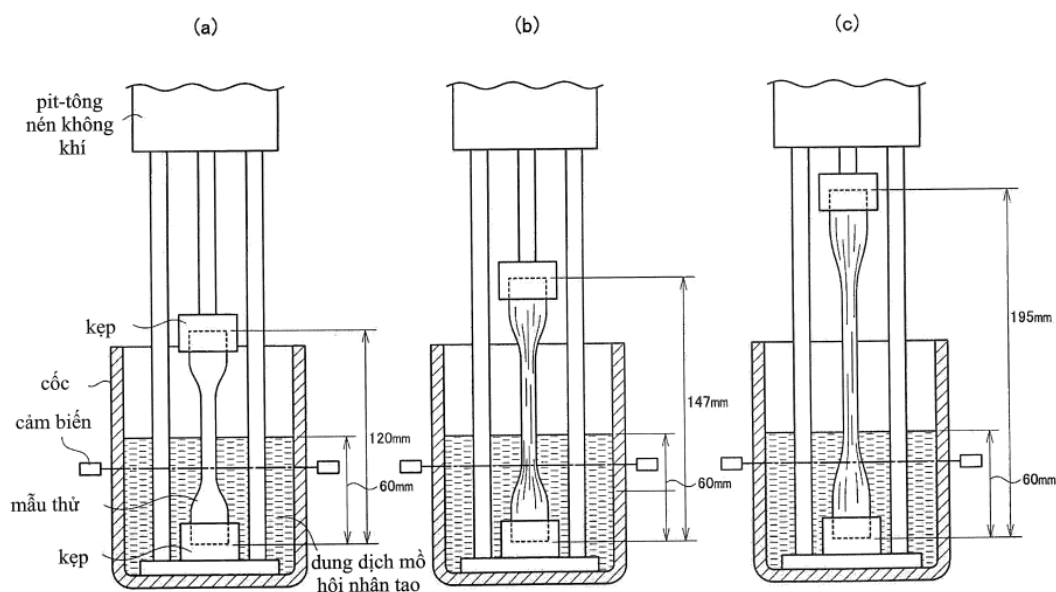


FIG. 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm đúc nhúng và sản phẩm đúc của nó.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các sản phẩm đúc thu được bằng cách đúc nhúng chế phẩm mủ cao su tự nhiên hoặc cao su tổng hợp, chẳng hạn như găng tay, bao cao su, ống thông, ống, bóng bay, núm vú và bao ngón tay, đã được biết đến.

Các sản phẩm đúc từ cao su tự nhiên có tỷ lệ duy trì ứng suất cao vốn có của cao su và độ dẻo với độ đàn hồi cao su ưu việt; tuy nhiên, vì mủ cao su tự nhiên có chứa protein gây ra các triệu chứng dị ứng loại I ở cơ thể người, nên nhiều vấn đề đã được báo cáo trong các sản phẩm tiếp xúc trực tiếp với cơ thể người như vậy.

Mặt khác, các sản phẩm đúc từ cao su tổng hợp không chứa protein như vậy và do đó có lợi thế là chúng có ít vấn đề liên quan đến dị ứng loại I. Ví dụ về cao su tổng hợp, cao su isopren, cao su cloropren và cao su acrylonitril-butadien chứa nhóm carboxyl (carboxyl group-containing acrylonitrile-butadien - XNBR) đã được biết đến. Trong đó, cao su isopren có cấu trúc tương tự như cao su tự nhiên, có tỷ lệ duy trì ứng suất cao và độ đàn hồi của cao su dẻo có thể so sánh với cao su tự nhiên. Hơn nữa, cloropren có cấu trúc là butadien được clo hóa một phần, và có tỷ lệ duy trì ứng suất tương đối cao và độ đàn hồi cao su dẻo tương tự như cao su isopren. Tuy nhiên, cả hai loại cao su này đều có một nhược điểm là rất đắt tiền.

Isopren monome, là nguyên liệu thô của cao su isopren, được sản xuất bằng cách dime hóa propylen, khử hydro isoamylen, chiết xuất dung môi phân đoạn C5 hoặc tương tự, và yêu cầu phản ứng hóa học và quy trình sản xuất phức tạp trái ngược với butadien thu được với lượng lớn từ quá trình tinh chế phân đoạn C4 trong sản xuất dầu mỏ. Hơn nữa, quá trình polyme hóa monome isopren được thực hiện bằng cách polyme hóa dung dịch và, sau khi cao su isopren được sản xuất, dung môi được tách ra và phần thu được được tạo thành sản phẩm nhũ tương với nước để thu được mủ cao su isopren để nhúng. Theo cách này, để có được sản phẩm đúc từ cao su isopren, cần phải có quy trình sản xuất bao gồm nhiều phản ứng hóa học.

Trong khi đó, cloropren được sản xuất công nghiệp chủ yếu bằng phương pháp trong đó monovinylaxetylen thu được bằng cách dime hóa axetylen được phép trải qua phản ứng cộng với axit clohydric, và do đó không thể sản xuất rẻ tiền.

Mặt khác, XNBR, thu được bằng cách co-polyme hóa butadien, acrylonitril và axit carboxylic không bão hòa, có thể được sản xuất hàng loạt với giá thành rẻ và do đó thường được sử dụng trong sản xuất các sản phẩm đúc nhúng. Thông thường, các sản phẩm đúc được sản xuất bằng cách liên kết cộng hóa trị với gốc butadien bằng cách sử dụng lưu huỳnh và chất tăng tốc lưu hóa và liên kết ngang ion nhóm carboxyl (X) với kẽm; tuy nhiên, vì dị ứng loại IV do chất tăng tốc lưu hóa đã trở thành một vấn đề, các sản phẩm đúc không có chất tăng tốc trong đó không sử dụng lưu huỳnh và chất tăng tốc lưu hóa đã được đề xuất trong những năm gần đây. Ví dụ, các sản phẩm đúc nhúng thu được bằng cách tự liên kết ngang sử dụng hợp chất hữu cơ có thể tạo liên kết ngang (tài liệu sáng chế 1), tạo liên kết ngang sử dụng chất tạo liên kết ngang hữu cơ như hợp chất polycarbodiimit hoặc hợp chất epoxy (tài liệu sáng chế 2 và 3), hoặc tạo liên kết ngang bằng cách sử dụng chất tạo liên kết ngang kim loại như nhôm, tương tự như liên kết cộng hóa trị (tài liệu sáng chế 4), đã được đề xuất.

Như đã mô tả ở trên, XNBR thu được bằng cách copolymer hóa butadien, acrylonitril và axit carboxylic không bão hòa. Các liên kết đôi của butadien là nguyên nhân tạo nên các đặc tính của cao su. Theo nghĩa này, butadien là thành phần cơ bản. Acrylonitril và axit carboxylic không bão hòa là các thành phần làm thay đổi tính chất của XNBR thông qua quá trình copolyme hóa với butadien và tùy thuộc vào hàm lượng của các thành phần này, có thể cung cấp nhiều đặc tính như kháng hóa chất, độ bền kéo, tỷ lệ giãn dài và độ cứng.

Hơn nữa, trong XNBR, các đặc tính tạo màng của mủ thu được từ đó, tính dễ sản xuất và các tính chất vật lý bị ảnh hưởng bởi việc điều chỉnh nhiệt độ polyme hóa, chất chuyển mạch, phương pháp polyme hóa và tỷ lệ chuyển đổi polyme hóa.

Lấy gang tay làm ví dụ, trong những năm gần đây, XNBR được sản xuất bằng phản ứng polyme hóa ở nhiệt độ thấp chủ yếu được sử dụng để cải thiện độ bền kéo của gang tay mỏng, tạo ra các sản phẩm đúc có độ bền kéo và tỷ lệ giãn dài đạt yêu cầu. Bằng quá trình polyme hóa ở nhiệt độ thấp, XNBR được sản xuất như polyme mạch thẳng, và độ bền kéo của bản thân XNBR được cải thiện. Ngoài ra, trong mủ XNBR

mạch thẳng tạo thành, khi độ pH được đưa về phía kiềm, axit carboxylic của XNBR dễ dàng bị ion hóa để tạo ra các ion carboxylat và các ion carboxylat này được định hướng đến bề mặt của các hạt XNBR, do đó các liên kết ngang ion kim loại có khả năng được hình thành bởi các ion kim loại, và độ bền giữa các hạt được cải thiện. Mặt khác, trong XNBR mạch thẳng, vì độ đàn hồi của cao su thấp hơn so với độ đàn hồi của XNBR phân nhánh, nên độ đàn hồi của cao su, ví dụ, tỷ lệ duy trì ứng suất và độ dẻo như các tính chất vật lý cơ bản, kém hơn cao su tự nhiên.

Tài liệu tình trạng kỹ thuật

Tài liệu sáng chế 1: WO 2012/043894

Tài liệu sáng chế 2: WO 2017/217542

Tài liệu sáng chế 3: WO 2019/194056

Tài liệu sáng chế 4: Đơn xin cấp bằng sáng chế chưa thẩm định Nhật Bản số 2018-9272

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Như đã mô tả ở trên, nhiều phương pháp liên kết ngang khác nhau đã được đề xuất cho XNBR; tuy nhiên, các phương pháp này không thể đạt được tỷ lệ duy trì ứng suất và tính linh hoạt thỏa đáng và do đó cần cải thiện các phương pháp này.

Theo quan điểm này, mục đích của sáng chế là đề xuất gắng tay, trong đó sử dụng chất đàn hồi cao su nitril có chứa nhóm carboxyl như XNBR, không chỉ tỷ lệ duy trì ứng suất và độ dẻo được cải thiện mà còn cả khả năng đeo, độ vừa vặn, việc thắt chặt phần cổ tay và dễ dàng thực hiện các thao tác tốt với các đầu ngón tay do đó được cải thiện trong khi vẫn duy trì độ bền kéo và độ bền mỏi cần thiết cho gắng tay.

Các tác giả sáng chế đã nghiên cứu chuyên sâu để giải quyết các vấn đề được mô tả ở trên và do đó phát hiện ra rằng sản phẩm đúc có tỷ lệ duy trì ứng suất cao trong khi duy trì độ cứng thấp (độ dẻo) có thể được tạo ra bằng cách sử dụng chất đàn hồi được cung cấp với cấu trúc liên kết ngang thích hợp, đặc biệt là chất đàn hồi có hàm lượng không hòa tan trong methyl ethyl xeton (MEK) trong phạm vi cụ thể và sử dụng chất tạo liên kết ngang hữu cơ cụ thể để thực hiện liên kết ngang trong bước sản xuất sản phẩm đúc nhúng từ chế phẩm đúc nhúng có chứa chất đàn hồi, do đó hoàn thiện sáng chế.

1. Chế phẩm đúc nhúng, chứa ít nhất:

chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl;

chất tạo liên kết ngang epoxy chứa hợp chất epoxy có chứa ba nhóm ete glycidyl trở lên trong một phân tử và có khung bazơ chứa hydrocarbon mạch hở, béo hoặc thơm; và

chất điều chỉnh độ pH,

trong đó

chất đàn hồi chứa đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome dien liên hợp với lượng từ 50% trọng lượng trở lên, 78% trọng lượng trở xuống, đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome nitril không bão hòa etylen với lượng từ 20% trọng lượng trở lên, 30% trọng lượng trở xuống, và đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome axit carboxylic không bão hòa etylen với lượng từ 3,5% trọng lượng trở lên, từ 6% trọng lượng trở xuống,

chất đàn hồi có hàm lượng không hòa tan trong MEK từ 60% trọng lượng trở lên, 80% trọng lượng, và

chất tạo liên kết ngang epoxy có tỷ lệ phân phối metyl isobutyl xeton (MIBK)/nước từ 50% trở lên được xác định bằng phương pháp đo sau:

phương pháp đo tỷ lệ phân phối MIBK/nước: trong ống nghiệm, 5,0 g nước, 5,0 g metyl isobutyl xeton (MIBK) và 0,5 g chất tạo liên kết ngang epoxy được cân chính xác và trộn bằng cách khuấy ở $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 3 phút, và hỗn hợp thu được được ly tâm ở $1,0 \times 10^3\text{ G}$ trong 10 phút và do đó được tách thành lớp nước và lớp MIBK, sau đó lớp MIBK được phân đoạn và cân để tính tỷ lệ phân phối MIBK/nước bằng cách sử dụng phương trình sau:

tỷ lệ phân phối MIBK/nước (%) = $\frac{(\text{trọng lượng của lớp MIBK đã tách (g)} - \text{trọng lượng MIBK trước khi tách (g)})}{\text{trọng lượng của chất tạo liên kết ngang được thêm vào (g)}} \times 100$

phép đo này được thực hiện ba lần và giá trị trung bình của nó được xác định là tỷ lệ phân phối MIBK/nước.

2. Chế phẩm đúc nhúng theo mục 1, trong đó chất đàn hồi chứa đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome axit carboxylic không bão hòa etylen với lượng từ 3,5% trọng lượng trở lên, 5,0% trọng lượng trở xuống.

3. Chế phẩm đúc nhúng theo mục 1 hoặc 2, trong đó chất tạo liên kết ngang epoxy được thêm vào với lượng từ 0,3 phần trọng lượng trở lên, 2,5 phần trọng lượng trở xuống đối với 100 phần trọng lượng của chất đàn hồi.

4. Chế phẩm đúc nhúng theo mục bất kỳ một trong số 1 đến 3, trong đó độ pH được điều chỉnh thành 9,5 trở lên, 10,5 trở xuống bằng bộ điều chỉnh độ pH.

5. Chế phẩm đúc nhúng theo mục bất kỳ một trong số 1 đến 4, còn chứa kẽm oxit làm chất tạo liên kết ngang.

6. Chế phẩm đúc nhúng theo mục 5, trong đó kẽm oxit được thêm vào với lượng từ 0,2 phần trọng lượng trở lên, 0,6 phần trọng lượng trở xuống đối với 100 phần trọng lượng của chất đàn hồi.

7. Chế phẩm đúc nhúng theo mục bất kỳ một trong số 1 đến 6, có tỷ lệ trương nở MEK từ 5 lần trở lên, 10 lần trở xuống.

8. Sản phẩm đúc, là sản phẩm đã qua xử lý của chế phẩm đúc nhúng theo mục bất kỳ từ 1 đến 7.

9. Sản phẩm đúc theo mục 8, có tỷ lệ duy trì ứng suất từ 50% trở lên được xác định bằng phương pháp đo sau:

phương pháp đo tỷ lệ duy trì ứng suất: theo ASTM D412, mẫu thử được chuẩn bị, đánh dấu bằng các vạch ở khoảng cách đánh dấu đo là 25 mm, và được kéo căng ở khoảng cách ngàm là 90 mm và tỷ lệ giãn dài là 500 mm/phút; một khi mẫu thử được kéo căng gấp đôi, quá trình kéo được kết thúc để đo ứng suất M0; mẫu thử được giữ nguyên và đo ứng suất M6 sau 6 phút; và tỷ lệ duy trì ứng suất được tính theo công thức sau:

$$\text{tỷ lệ duy trì ứng suất (\%)} = (M6/M0) \times 100.$$

10. Sản phẩm đúc theo mục 8 hoặc mục 9, là găng tay.

11. Phương pháp sản xuất sản phẩm đúc nhúng, phương pháp bao gồm các bước:

(1) bước kết dính chất đông tụ để cho phép chất đông tụ kết dính vào khuôn tạo hình găng tay;

(2) bước già hóa để chuẩn bị và khuấy chế phẩm đúc nhúng theo bất kỳ mục nào trong số từ 1 đến 7;

(3) bước nhúng để ngâm khuôn tạo hình găng tay vào chế phẩm đúc nhúng;

(4) bước keo hóa để tạo keo màng được hình thành trên khuôn tạo hình găng tay để điều chế tiền chất màng đóng rắn;

(5) bước rửa trôi để loại bỏ tạp chất khỏi tiền chất màng đóng rắn hình thành trên khuôn tạo hình găng tay;

(6) bước tạo hạt để tạo thành cuộn trong phần cổ tay của găng tay sẽ thu được; và

(7) bước đóng rắn là làm nóng và làm khô tiền chất màng đóng rắn ở nhiệt độ cần thiết cho phản ứng liên kết ngang,

các bước (3) đến (7) được thực hiện theo thứ tự đã đề cập.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Theo sáng chế, chế phẩm đúc nhúng được sử dụng để sản xuất sản phẩm đúc như găng tay, trong đó không chỉ có các tính chất vật lý cơ bản cần thiết cho sản phẩm đúc như găng tay, ví dụ, độ bền kéo, tỷ lệ giãn dài và độ bền mỏi, được đáp ứng mà còn có thể cung cấp tỷ lệ duy trì ứng suất và độ cứng được cải thiện đáng kể so với các sản phẩm đúc thông thường, có thể được cung cấp. Ngoài ra, theo chế phẩm đúc nhúng này, có thể thu được sản phẩm đúc có các đặc tính được mô tả ở trên ngay cả khi không chứa protein mủ gây dị ứng loại I hoặc chất tăng tốc lưu hóa gây dị ứng loại IV.

Sáng chế có thể được áp dụng không chỉ cho găng tay, mà còn cho các sản phẩm đúc như bao cao su, ống thông, ống, bóng bay, núm vú và bao ngón tay.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là hình chiếu mặt cắt ngang minh họa dạng sơ đồ một ví dụ về thiết bị thử độ bền mỏi.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết; tuy nhiên, các mô tả sau đây chỉ là các ví dụ (ví dụ đại diện) về các phương án của sáng chế, và sáng chế không bị giới hạn ở nội dung của các ví dụ này miễn là chúng không xa rời nguyên lý của sáng chế.

Ở đây cần lưu ý rằng, "trọng lượng" và "khối lượng" có cùng ý nghĩa và do đó sau đây được gọi chung là "trọng lượng".

Trong bản mô tả này, trừ khi có quy định khác, "%" có nghĩa là "% trọng lượng" và "(các) phần" có nghĩa là "(các) phần theo trọng lượng".

Hơn nữa, về nguyên tắc, trừ khi có quy định khác, "(các) phần tính theo trọng lượng" cho biết số phần tính theo trọng lượng đối với 100 phần tính theo trọng lượng của chất đàn hồi.

Trong bản mô tả này, những phạm vi được nêu với từ "đến" trước và sau các giá trị thuộc về số hoặc vật lý, mỗi phạm vi biểu thị phạm vi bao gồm các giá trị tương ứng được nêu trước và sau "đến".

Các phương án tương ứng của sáng chế là: chế phẩm để đúc nhúng (sau đây, còn được gọi đơn giản là "chế phẩm đúc nhúng") được sử dụng để sản xuất sản phẩm đúc nhúng từ chất đàn hồi cao su nitril có chứa các nhóm carboxyl (sau đây, cũng được gọi đơn giản là "chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl"), có tỷ lệ duy trì ứng suất cao và dẻo; phương pháp sản xuất sản phẩm đúc bằng cách sử dụng chế phẩm; và sản phẩm đúc được tạo ra bằng cách sử dụng chế phẩm. Theo đó, trong các phương án này, cấu trúc liên kết ngang được đưa vào chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl trước hết để cải thiện tính đàn hồi của cao su và liên kết ngang được thực hiện bằng cách sử dụng chất tạo liên kết ngang epoxy thâm nhập vào các hạt mủ chứa chất đàn hồi và có khả năng thực hiện liên kết ngang giữa các hạt, nhờ đó tỷ lệ duy trì ứng suất cao đạt được trong sản phẩm đúc. Trong bản mô tả này, tỷ lệ duy trì ứng suất được sử dụng như một trong những chỉ số xác định sản phẩm đúc nhúng có độ đàn hồi tốt. Tỷ lệ duy trì ứng suất, cho biết tỷ lệ ứng suất được tác dụng lên sản phẩm đúc nhúng trong quá trình kéo căng và duy trì sau một khoảng thời gian nhất định đối với giá trị ban đầu, biểu thị mức độ ứng suất được giữ lại bao nhiêu để phục hồi trở lại trạng thái ban đầu.

Hơn nữa, các tác giả sáng chế đã xác nhận rằng: sản phẩm đúc dẻo mặc dù có tỷ lệ duy trì ứng suất cao có thể thu được bằng cách, ví dụ, giảm lượng axit carboxylic càng nhiều càng tốt; và, liên quan đến độ dẻo, sản phẩm đúc theo phương án hiện tại dẻo hơn so với các sản phẩm thuộc phương pháp kỹ thuật trước dựa trên độ cứng 100%, độ cứng 300% và độ cứng 500%. Thuật ngữ "độ cứng" được sử dụng ở đây đề cập đến ứng suất được đo ở độ giãn dài 100%, 300% hoặc 500%. Giá trị ứng suất càng thấp, sản phẩm đúc càng dẻo.

Sau đây, chế phẩm đúc nhúng được sử dụng để sản xuất sản phẩm đúc nhúng, phương pháp sản xuất sản phẩm đúc bằng chế phẩm và sản phẩm đúc được sản xuất bằng chế phẩm, theo các phương án tương ứng của sáng chế, sẽ được mô tả. Trong quá trình này, các đặc tính đặc trưng của chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl và chất tạo liên kết ngang epoxy sẽ được mô tả.

Thuật ngữ "chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl" được sử dụng ở đây để chỉ polyme có thể thu được bằng cách polyme hóa các monome, chẳng hạn như dien liên hợp, monome nitril không bão hòa etylen và monome axit carboxylic không bão hòa etylen (polyme như vậy sau đây cũng là được gọi đơn giản là "chất đàn hồi"). Hơn nữa, chế phẩm có chứa chất đàn hồi thu được bằng quá trình polyme hóa như tương sau đây được gọi là "chế phẩm mũ tổng hợp" hoặc đơn giản là "chế phẩm mũ" và các hạt của chất đàn hồi được phân tán trong chế phẩm mũ tổng hợp sau đây được gọi là "hạt mũ" hoặc đơn giản "hạt".

1. Chế phẩm đúc nhúng

Chế phẩm đúc nhúng theo phương án này (sau đây, còn được gọi đơn giản là "chế phẩm đúc nhúng") chứa, như các thành phần không thể thiếu, chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl và chất tạo liên kết ngang epoxy được mô tả dưới đây từng cái một, và thường ở dạng dung dịch hỗn hợp với nước, trong đó độ pH được điều chỉnh bằng chất điều chỉnh độ pH. Chế phẩm đúc nhúng có thể chứa thêm kẽm oxit và thường chứa thêm các thành phần cần thiết.

(1) Chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl

Cấu trúc liên kết ngang của chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl

Chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl có đặc điểm là nó được cung cấp hàm lượng không hòa tan trong MEK từ 60% trọng lượng trở lên, 80% trọng lượng trở xuống bằng cách đưa vào trước các cấu trúc liên kết ngang tại thời điểm polyme hóa nhũ tương. Các cấu trúc liên kết ngang được đưa vào trong bước polyme hóa của chất đàn hồi có trong chế phẩm mủ cải thiện mật độ liên kết ngang của sản phẩm đúc nhúng và góp phần biểu hiện tỷ lệ duy trì ứng suất. Bằng cách sử dụng chế phẩm mủ này, sản phẩm đúc nhúng có thể dẻo và có tỷ lệ duy trì ứng suất cao giống như sản phẩm đúc cao su tự nhiên mặc dù được đúc từ chế phẩm đúc nhúng có chứa chế phẩm mủ tổng hợp.

Công nghệ đạt được hiệu suất mong muốn bằng cách đưa trước các cấu trúc liên kết ngang vào chất đàn hồi có trong chế phẩm mủ và do đó cung cấp lượng cấu trúc liên kết ngang tối thiểu cần thiết tại thời điểm quá trình ngâm thường được sử dụng như một công nghệ tiền lưu hóa trong chế phẩm mủ cao su tự nhiên; tuy nhiên, trong chế phẩm mủ tổng hợp, rất khó để có được các đặc tính vật lý thích hợp bằng cách sử dụng công nghệ như vậy vì các đặc tính tạo màng của chế phẩm mủ tổng hợp kém hơn rất nhiều so với chế phẩm mủ cao su tự nhiên. Trong trường hợp sản xuất sản phẩm đúc bằng quy trình ngâm sử dụng chế phẩm mủ tổng hợp chẳng hạn như chế phẩm mủ có chứa chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl, thì phải đưa các cấu trúc liên kết ngang vào đồng thời với bước tạo màng. Thông thường, đôi khi có những trường hợp sản phẩm được xử lý ngâm được sản xuất bằng chế phẩm mủ tổng hợp liên kết ngang một phần; tuy nhiên, khi thực hiện quy trình ngâm sử dụng chế phẩm mủ tổng hợp có cấu trúc liên kết ngang 60% trọng lượng trở lên trước bước tạo màng, sẽ có vấn đề là sản phẩm đúc nhúng thu được có độ bền vật lý kém và độ bền của nó bị giảm đáng kể.

Chế phẩm theo phương án này đã có cấu trúc liên kết ngang trong chế phẩm mủ tổng hợp; do đó, sản phẩm đúc nhúng có các tính chất vật lý và hiệu suất thỏa mãn chỉ có thể đạt được từ đó chỉ bằng cách đưa vào một lượng tối thiểu các cấu trúc liên kết ngang trong quá trình sản xuất sản phẩm đúc nhúng. Ngoài ra, sản phẩm đúc nhúng thu được theo cách này có đặc điểm là có kết cấu rất mềm và tỷ lệ duy trì ứng suất ưu việt.

Theo sáng chế, các cấu trúc liên kết ngang được cung cấp trong bước polyme hóa chất đàn hồi có trong chế phẩm mủ tổng hợp tốt nhất là ở mức 60% trọng lượng trở lên, 80% trọng lượng trở xuống của tất cả các cấu trúc liên kết ngang cuối cùng được đưa vào. Các cấu trúc liên kết ngang được đưa vào trong bước polyme hóa chất đàn hồi có

trong chế phẩm mủ tổng hợp khác với các cấu trúc liên kết ngang được đưa vào trong quá trình đúc mủ hoặc cao su nói chung về loại liên kết hóa học và khi phản ứng polyme hóa tiến hành bằng phản ứng polyme hóa gốc, cấu trúc liên kết ngang có thể được kiểm soát và tạo ra bằng cách bổ sung các gốc vào chuỗi bên polyme, chuyển mạch, và những thứ tương tự. Các cấu trúc liên kết ngang được tạo ra trong bước polyme hóa của chế phẩm mủ tổng hợp là liên kết carbon-carbon, liên kết este, liên kết hydro, cấu trúc phối trí và tương tự, và liên kết carbon-carbon mạnh hơn và cung cấp sản phẩm đúc cuối cùng với sự cân bằng tốt hơn giữa độ dẻo và tỷ lệ duy trì ứng suất.

Mức độ của các cấu trúc liên kết ngang có thể được xác định bằng phương pháp đo có độ tái lập tốt, đo mức độ hòa tan của polyme trong dung môi có phân cực tương tự như của polyme. Khi polyme là cao su acrylonitril-butadien chứa nhóm carboxyl (XNBR), mức độ cấu trúc liên kết ngang có thể được ước tính bằng cách đo lượng thành phần không hòa tan sử dụng methyl ethyl xeton (MEK) làm dung môi. Khi sản phẩm đúc nhúng có hàm lượng không hòa tan trong MEK từ 1% trọng lượng trở xuống và chất đàn hồi chứa trong chế phẩm mủ tổng hợp có hàm lượng không hòa tan trong MEK là 60% trọng lượng, có thể giả định rằng khoảng 60% trọng lượng cấu trúc liên kết ngang được đưa vào trong quá trình sản xuất sản phẩm đúc nhúng. Hàm lượng không hòa tan trong MEK dùng như một chỉ số để xác định mức độ hình thành các cấu trúc liên kết ngang trong cấu trúc polyme.

Để cải thiện tỷ lệ duy trì ứng suất của sản phẩm đúc nhúng trong đó sử dụng chất đàn hồi cao su nitril có chứa nhóm carboxyl, việc tăng lượng cấu trúc liên kết ngang có trong sản phẩm đúc nhúng sẽ có hiệu quả. Điều này là do, trong sản phẩm đúc nhúng có lượng cấu trúc liên kết ngang tăng lên, các chuỗi phân tử bị quấn chặt vào nhau và điều này làm cho các chuỗi phân tử không thể bị tách rời khi kéo căng và do đó cấu trúc phân tử ban đầu được phục hồi, kết quả là cái gọi là độ đàn hồi của cao su được tăng cường và tỷ lệ duy trì ứng suất được cải thiện.

Chế phẩm mủ tổng hợp thường thu được bằng cách trộn các hạt mủ và nước. Các hạt mủ thường được bao phủ bởi chất hoạt động bề mặt, và chúng ở dạng sắp xếp thành từng lớp khi chế phẩm được khử nước cuối cùng để tạo thành màng. Trong bản mô tả này, thuật ngữ "giữa các hạt" được sử dụng cho các khoảng trống giữa các hạt mủ được sắp xếp thành các lớp trong khi bên trong của mỗi hạt được gọi là "bên trong hạt", và

các thuật ngữ này được phân biệt với nhau. So với chế phẩm mủ cao su tự nhiên, chế phẩm mủ tổng hợp có một vấn đề là các liên kết giữa các hạt rất yếu. Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng chất đàn hồi có lượng lớn cấu trúc liên kết ngang có thể được liên kết ngang hơn nữa bằng cách sử dụng chất tạo liên kết ngang thích hợp cho liên kết ngang bên trong hạt khi lượng lớn nhóm carboxyl được kết hợp vào các hạt của chất đàn hồi, do đó mật độ liên kết ngang có thể được tăng lên và tỷ lệ duy trì ứng suất có thể được cải thiện hơn nữa trong sản phẩm đúc thu được. Trong khi đó, điểm yếu của các liên kết giữa các hạt, phổ biến đối với các chế phẩm mủ tổng hợp, thường được bổ sung bởi chất tạo liên kết ngang kim loại như kẽm. Đối với chất đàn hồi theo phương án hiện tại, vấn đề được mô tả ở trên có thể được giải quyết bằng các liên kết ngang được hình thành bởi chất tạo liên kết ngang epoxy cụ thể có khả năng liên kết ngang một phần giữa các hạt. Ngoài ra, có thể tăng thêm liên kết ngang giữa các hạt bằng cách thêm chất tạo liên kết ngang kim loại như kẽm. Chất đàn hồi này phụ thuộc nhiều vào độ pH vì một lượng lớn các nhóm carboxyl tồn tại trong các hạt của nó. Nói cách khác, các đặc tính của sản phẩm đúc thu được được sửa đổi dựa trên việc liệu các nhóm carboxyl, đóng vai trò là điểm liên kết ngang của các chất tạo liên kết ngang, có tồn tại ở các bề mặt hoặc bên trong các phần tử của chất đàn hồi hay không. Thông thường, độ pH của chế phẩm mủ được điều chỉnh về khoảng 8,3 và do đó chất đàn hồi chứa lượng lớn các nhóm carboxyl bên trong các hạt của nó. Theo đó, các nhóm carboxyl vẫn còn bên trong các hạt khi độ pH của chế phẩm đúc nhúng cuối cùng được điều chỉnh để thấp hơn 9,5; do đó, tỷ lệ duy trì ứng suất được tăng lên, và độ bền kéo bị giảm do điều kiện mà lượng nhóm carboxyl nhỏ tại các bề mặt hạt. Trong khi đó, khi độ pH của chế phẩm đúc nhúng cao hơn 10,5, điều ngược lại sẽ xảy ra vì một lượng lớn các nhóm carboxyl bên trong các hạt di chuyển đến các bề mặt hạt. Do đó, theo sáng chế này, người ta muốn điều chỉnh độ pH của chế phẩm đúc nhúng bằng 9,5 hoặc cao hơn, 10,5 hoặc thấp hơn bằng cách sử dụng chất điều chỉnh độ pH.

Công thức của chất đàn hồi cao su nitril có chứa nhóm carboxyl

Công thức của chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl chứa đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome dien liên hợp, đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome axit carboxylic không bão hòa etylen và đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome nitril

không bão hòa etylen là đơn vị cấu trúc không thể thiếu và có thể tùy chọn còn chứa đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome có thể copolymer hóa.

Công thức của chất đàn hồi khác biệt ở chỗ, để cải thiện độ dẻo của sản phẩm đúc nhúng, tỷ lệ hàm lượng của đơn vị cấu trúc có nguồn gốc monome axit carboxylic không bão hòa etylen trong chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl thấp hơn trong chất đàn hồi thông thường. Hơn nữa, khi một lượng lớn các nhóm carboxyl liên kết với các ion canxi có nguồn gốc từ chất đông tụ, các chuỗi phân tử dễ dàng bị phá vỡ bởi ngoại lực vật lý và sự biến đổi cấu trúc có thể xảy ra do sự liên kết của các ion canxi với các nhóm carboxyl khác nhau. Do đó, các cấu trúc quấn vào nhau của chuỗi phân tử cao su bị thay đổi và không trở lại trạng thái ban đầu, do đó tỷ lệ duy trì ứng suất của sản phẩm đúc nhúng bị giảm xuống.

Sau đây các monome sẽ được mô tả.

Monome dien liên hợp

Monome dien liên hợp được sử dụng trong phương án này không bị giới hạn cụ thể miễn là nó có thể polyme hóa một cách triệt để. Các ví dụ cụ thể về monome dien liên hợp bao gồm 1,3-butadien, isopren, 2,3-dimetyl-1,3-butadien, 2-etyl-1,3-butadien, 1,3-pentadien và cloropren. Bất kỳ monome dien liên hợp nào cũng có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều monome của chúng có thể được sử dụng kết hợp. Đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome dien liên hợp là phần tử chủ yếu mang lại độ dẻo cho sản phẩm đúc. Hàm lượng của monome dien liên hợp thường từ 50% trọng lượng trở lên, 78% trọng lượng trở xuống, tốt nhất là 60% trọng lượng trở lên, 75% trọng lượng trở xuống đối với tất cả các monome.

Monome nitril không bão hòa etylen

Monome nitril không bão hòa etylen được sử dụng trong phương án này có thể là monome bất kỳ chứa sự kết hợp của liên kết không bão hòa có thể polyme hóa và nhóm nitril trong một phân tử, và các ví dụ về monome như vậy bao gồm acrylonitril, metacrylonitril, fumaronitril, α -cloroacrylonitril, và α -xianoethylacrylonitril. Trong số đó, acrylonitril và metacrylonitril được ưu tiên, và acrylonitril được ưu tiên hơn. Đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome nitril không bão hòa etylen là thành phần chủ yếu tạo độ bền cho sản phẩm đúc, và lượng quá nhỏ của nó sẽ dẫn đến không đủ độ bền, trong

khi lượng quá lớn của nó sẽ cải thiện khả năng chống hóa chất nhưng làm cho sản phẩm đúc quá cứng. Hàm lượng của monome nitril không bão hòa etylen ở tất cả các đơn phân là 20% trọng lượng trở lên, 30% trọng lượng trở xuống, tốt hơn là từ 21% trọng lượng trở lên, 28% trọng lượng trở xuống. Sự gia tăng lượng monome nitril không bão hòa etylen không có khả năng làm tăng độ cứng một cách tương ứng và về cơ bản không ảnh hưởng đến tỷ lệ duy trì ứng suất; do đó, lượng monome nitril không bão hòa etylen có thể được thiết lập thích hợp trong phạm vi được mô tả ở trên phù hợp với mục đích sử dụng về độ bền hóa học, độ dày màng và những thứ tương tự.

Monome axit carboxylic không bão hòa etylen

Đơn vị cấu trúc có nguồn gốc monome axit carboxylic không bão hòa etylen được dùng như điểm liên kết ngang với tác nhân tạo liên kết ngang. Loại monome axit carboxylic không bão hòa etylen không bị giới hạn cụ thể và monome axit carboxylic không bão hòa etylen có thể là axit monocarboxylic hoặc axit polycarboxylic. Các ví dụ cụ thể của chúng bao gồm axit acrylic, axit metacrylic, axit itaconic, axit maleic, axit fumaric, anhydrit maleic và anhydrit xitraconic, trong đó axit acrylic và axit metacrylic được ưu tiên hơn. Bất kỳ monome axit nào trong số các monome axit carboxylic không bão hòa etylen này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc từ hai trở lên có thể được sử dụng trong bất kỳ sự kết hợp nào với bất kỳ tỷ lệ nào. Tỷ lệ hàm lượng của đơn vị cấu trúc có nguồn gốc monome axit carboxylic không bão hòa etylen trong chất đàn hồi là 3,5% trọng lượng trở lên, 6% trọng lượng trở xuống, tốt hơn là 3,5% trọng lượng trở lên, 5,0% trọng lượng trở xuống, tốt hơn là 3,5 % trọng lượng trở lên, 4,5% trọng lượng trở xuống. Lượng monome axit carboxylic không bão hòa etylen tăng lên làm tăng độ cứng; do đó, tốt hơn hết là giảm lượng monome axit carboxylic không bão hòa etylen càng nhiều càng tốt để đạt được phạm vi mô tả ở trên.

Monome có thể copolyme hóa khác

Theo phương án này, monome khác có thể copolyme hóa với monome dien liên hợp, monome nitril không bão hòa etylen và monome axit carboxylic không bão hòa etylen có thể được sử dụng theo yêu cầu. Monome có thể copolyme hóa khác này có thể là bất kỳ monome nào có chứa liên kết không bão hòa có thể polyme hóa trong phân tử và các ví dụ về chúng bao gồm: các monome axit sunfonic không bão hòa etylen, chẳng hạn như axit acrylamidepropanesulfonic và axit styrenesulfonic; các monome este axit

carboxylic không bão hòa etylen, chẳng hạn như methyl (met)acrylat, etyl (met)acrylat, butyl (met)acrylat, 2-ethylhexyl (met)acrylat, trifloroetyl (met)acrylat, tetrafloropropyl (met)acrylat, monoetyl itaconat, monobutyl fumarat, monobutyl maleat, dibutyl maleat, dibutyl fumarat, etyl maleat, mono-2-hydroxypropyl maleat, metoxymetyl (met)acrylat, etoxyetyl (met)acrylat, metoxyetoxetyl (met)acrylat, xyanometyl (met)acrylat, 2-xyanoetyl (met)acrylat, 1-xyanopropyl (met)acrylat, 2-etyl-6-xyanohexyl (met)acrylat, 3-xyanopropyl (met)acrylat, hydroxyetyl (met)acrylat, hydroxypropyl (met)acrylat, glycidyl (met)acrylat, dimetylaminooetyl (met)acrylat, 2-sulfoetyl acrylat, và 2-sulfopropyl metacrylat; các monome thơm vinyl, chẳng hạn như styren, alkyl styren, và vinyl naphthalat; flooroalkyl vinyl ete, chẳng hạn như flooroetyl vinyl ete; vinylpyridin; và các monome dien không liên hợp, chẳng hạn như vinyl norbornene, dixyclopentadien và 1,4-hexadien. Hàm lượng của monome có thể copolyme hóa khác thường từ 0% trọng lượng trở lên, 5% trọng lượng trở xuống, tốt nhất là 0% trọng lượng trở lên, 3% trọng lượng trở xuống, đối với tất cả các monome. Ở đây cần lưu ý rằng "0% trọng lượng" có nghĩa là monome được mô tả ở trên không được chứa (hoặc dưới giới hạn phát hiện) và phương án hiện tại có thể sử dụng chế độ như vậy.

Phương pháp sản xuất chế phẩm mủ tổng hợp

Phương pháp sản xuất chế phẩm mủ tổng hợp sau đây sẽ được mô tả chủ yếu lấy chế phẩm mủ tổng hợp của cao su acrylonitril-butadien có chứa nhóm carboxyl (XNBR) làm ví dụ; tuy nhiên, chế độ của chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl theo phương án hiện tại không bị giới hạn ở chất đàn hồi này.

Phương pháp sản xuất chế phẩm mủ tổng hợp theo phương án này có thể được thực hiện dựa trên phương pháp polyme hóa thông thường và lò phản ứng polyme hóa có thể thực hiện bất kỳ chế độ nào trong số chế độ theo mẻ, chế độ bán mẻ và chế độ liên tục. Các ví dụ về phương pháp bổ sung monome bao gồm: phương pháp bổ sung đồng thời các monome vào lò phản ứng polyme hóa; phương pháp bổ sung liên tục hoặc gián đoạn các monome phù hợp với tiến trình của phản ứng polyme hóa; và phương pháp thêm một phần monome và cho phép các monome được bổ sung phản ứng cho đến khi đạt được tốc độ chuyển đổi cụ thể, sau đó bổ sung liên tục hoặc gián đoạn các monome còn lại, và có thể sử dụng bất kỳ phương pháp nào trong số này. Hơn nữa, các monome được bổ sung có thể được trộn trước trước khi sử dụng, hoặc các monome có

thể được sử dụng riêng biệt. Khi trộn các monome, tỷ lệ trộn có thể không đổi hoặc thay đổi.

Các dấu hiệu đặc trưng của phương pháp sản xuất chế phẩm mủ tổng hợp có chứa chất đàn hồi có hàm lượng không hòa tan trong MEK từ 60% khối lượng trở lên và có các tính chất cơ bản dẻo sẽ được mô tả ngay sau đây.

Sản phẩm đúc được sản xuất bằng cách sử dụng chế phẩm mủ tổng hợp theo phương án hiện tại thu được bằng phương pháp sản xuất được mô tả dưới đây có thể tạo ra độ đàn hồi cao su cao về tỷ lệ duy trì ứng suất và độ dẻo như các tính chất vật lý cơ bản, so với sản phẩm đúc được sản xuất sử dụng XNBR mạch thẳng thông thường được polyme hóa ở nhiệt độ thấp.

Chế phẩm mủ tổng hợp có chứa chất đàn hồi có hàm lượng không hòa tan trong MEK từ 60% trọng lượng trở lên có thể được sản xuất, ví dụ, bằng phương pháp trong đó phản ứng polyme hóa được thực hiện ở nhiệt độ polyme hóa tương đối cao được mô tả dưới đây bằng cách sử dụng một lượng nhỏ chất chuyển mạch tương ứng cho đến khi đạt được tốc độ chuyển đổi polyme hóa cụ thể, và nhiệt độ polyme hóa sau đó được tăng thêm.

Nhiệt độ polyme hóa để thực hiện phản ứng polyme hóa được đặt tương đối cao ở 20 °C trở lên, 60 °C trở xuống, tốt hơn là 25 °C trở lên, 50 °C trở xuống, để giảm trọng lượng phân tử của chất đàn hồi trong chế phẩm mủ tổng hợp, tăng số lượng mạch nhánh, và do đó làm tăng hàm lượng không hòa tan trong MEK.

Lượng chất khởi đầu polyme hóa được thiết lập tương đối lớn để làm giảm trọng lượng phân tử của chất đàn hồi trong chế phẩm mủ tổng hợp, tăng lượng mạch nhánh, và do đó làm tăng hàm lượng không hòa tan trong MEK.

Lượng chất chuyển mạch được đặt càng nhỏ càng tốt ở mức 0,2% trọng lượng trở lên, 0,8% trọng lượng trở xuống để tăng lượng mạch nhánh và do đó làm tăng hàm lượng không hòa tan trong MEK.

Ở đây cần lưu ý rằng, mặc dù phương án hiện tại được đặc trưng ở chỗ hàm lượng không hòa tan trong MEK là 60% trọng lượng trở lên, 80% trọng lượng trở xuống, thì hàm lượng không hòa tan trong MEK tốt hơn là 65% trọng lượng trở lên, 75% trọng lượng trở xuống, tốt hơn là 68% trọng lượng trở lên, 72% trọng lượng trở xuống.

Khi hàm lượng không hòa tan trong MEK lớn hơn 80% trọng lượng, các đặc tính tạo màng bị giảm sút và khó hình thành màng đồng nhất, gây khó khăn cho quá trình đúc nhúng.

Tiếp theo, để sản xuất sản phẩm đúc có kết cấu mềm, cần phải kiểm soát chất đàn hồi trong chế phẩm mủ tổng hợp để có hàm lượng không hòa tan trong MEK từ 60% trọng lượng trở lên, đồng thời kiểm soát kết quả đúc màng để có tỷ lệ trương nở MEK thấp.

Tỷ lệ trương nở MEK là 100 lần trở lên khi hàm lượng không tan MEK từ 0% trọng lượng trở lên, 10% trọng lượng trở xuống; tỷ lệ trương nở MEK là 30 lần trở lên, 70 lần trở xuống khi hàm lượng không hòa tan trong MEK là 30% trọng lượng; và tỷ lệ trương nở MEK là 5 lần trở lên, 25 lần trở xuống khi hàm lượng không hòa tan trong MEK là 60% trọng lượng trở lên và tỷ lệ trương nở MEK được đặt trong phạm vi 5 lần trở lên, 10 lần trở xuống để thu được kết cấu đặc biệt mềm. Tỷ lệ trương nở MEK và hàm lượng không hòa tan trong MEK có thể được xác định bằng phương pháp được mô tả dưới đây trong phần ví dụ thực hiện sáng chế.

Khi tốc độ chuyển đổi polyme hóa của chất đàn hồi có trong chế phẩm mủ tổng hợp đạt đến giá trị quy định, phản ứng polyme hóa được kết thúc bằng cách làm mát hệ thống polyme hóa hoặc bổ sung chất kết thúc polyme hóa. Tỷ lệ chuyển đổi polyme hóa tại đó phản ứng polyme hóa kết thúc thường là 80% trở lên, tốt hơn là 90% trở lên, tốt hơn nữa là 93% trở lên.

Các chất phụ gia được sử dụng trong phản ứng polyme hóa sau đây sẽ được mô tả.

Chất nhũ hóa

Chất nhũ hóa không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, tốt hơn là chất thường được sử dụng trong quá trình polyme hóa nhũ tương, và các ví dụ của chúng bao gồm: chất nhũ hóa không ion, chẳng hạn như polyoxyetylen alkyl ete, polyoxyetylen alkylphenol ete, polyoxyetylen alkyl este và polyoxyetylen sorbitan alkyl este; chất nhũ hóa anion, chẳng hạn như axit béo (ví dụ, axit myristic, axit palmitic, axit oleic và axit linolenic) và muối của chúng, este axit photphoric (ví dụ, isopropyl photphat và polyoxyetylen alkyl ete photphat), ankyl diphenyl ete disulfonat, dinatri lauryldiphenyl oxysulfonat, ankyl

naptalenesulfonat, muối natri của các chất ngưng tụ axit naphthalenesulfonic, natri dialkylsulfosuccinat, alkyl benzen sulfonat, alkylallyl sulfonat, rượu sulfat cao hơn, và alkyl sulfosuccinat; chất nhũ hóa cation, chẳng hạn như amoni clorua (ví dụ, trimetyl amoni clorua và dialkyl amoni clorua), muối benzylammoni và muối amoni bậc bốn; và các chất nhũ hóa có thể copolymer hóa chứa liên kết đôi, chẳng hạn như sulfoeste của axit carboxylic α , β không bão hòa, este sunfat của axit carboxylic α , β không bão hòa, và ete sulfoalkyl aryl. Số lượng chất nhũ hóa được sử dụng không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, 0,1 phần trọng lượng trở lên, 10 phần trọng lượng trở xuống, tốt nhất là 0,5 phần trọng lượng trở lên, 6,0 phần trọng lượng trở xuống, đối với 100 phần trọng lượng của hỗn hợp monome. Bất kỳ chất nhũ hóa nào được mô tả ở trên đều có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai chất nhũ hóa đó trở lên có thể được sử dụng kết hợp. Hơn nữa, trong sản xuất chế phẩm mủ tổng hợp, chất nhũ hóa có thể được sử dụng cùng một lúc hoặc có thể được sử dụng theo từng phần.

Chất chuyển mạch

Ví dụ về chất chuyển mạch bao gồm: mercaptan, chẳng hạn như t-dodecylmercaptan, n-dodecylmercaptan và mercaptoetanol; hydrocarbon halogen hóa, chẳng hạn như carbon tetrachlorua, metylen clorua và metylen bromua; và dimer α -methylstyren, trong đó mercaptan như t-dodecylmercaptan và n-dodecylmercaptan được ưu tiên hơn. Chất chuyển mạch có thể được sử dụng cùng một lúc khi bắt đầu phản ứng polyme hóa, hoặc có thể được sử dụng khi cần thiết phù hợp với tiến trình của phản ứng polyme hóa. Chất chuyển mạch cũng có thể được sử dụng cả khi bắt đầu phản ứng polyme hóa và trong quá trình diễn ra phản ứng polyme hóa. Theo phương án hiện tại, thông thường, chế phẩm mủ tổng hợp có chứa chất đàn hồi có nhiều nhánh trong chuỗi phân tử cao su của nó và hàm lượng không hòa tan trong MEK cao có thể thu được bằng cách giảm lượng chất chuyển mạch càng nhiều càng tốt.

Dung môi nước

Thông thường, nước được sử dụng làm dung môi nước và lượng của nó thường là 70 phần trọng lượng trở lên, 250 phần trọng lượng trở xuống, tốt hơn là 80 phần trọng lượng trở lên, 170 phần trọng lượng trở xuống, đối với 100 phần theo trọng lượng của hỗn hợp monome. Khi lượng dung môi nước nhỏ hơn 70 phần trọng lượng, độ ổn định trong bước polyme hóa có thể bị giảm. Trong khi đó, khi lượng dung môi nước lớn hơn

250 phần trọng lượng, cần một thời gian dài hơn và một lượng năng lượng lớn hơn để xử lý sau quá trình đối với chế phẩm mũ tổng hợp thu được, gây ra vấn đề là quá trình sản xuất chế phẩm mũ tổng hợp không còn hiệu quả.

Chất khởi đầu polyme hóa

Chất khởi đầu polyme hóa không bị giới hạn cụ thể và các ví dụ của chúng bao gồm kali persulfat, amoni persulfat, natri persulfat, superphosphat, hydro peroxit, *t*-butyl hydroperoxit, 1,1,3,3-tetrametylbutyl hydroperoxit, *p*-mentan hydroperoxit, 2,5-dimethylhexan-2,5-dihydroperoxit, diisopropylbenzen hydroperoxit, cumene hydroperoxide, di-*t*-butyl peroxit, di- α -cumyl peroxit, axetyl peroxit, isobutyryl peroxit, benzoyl peroxit và azobis-isobutyronitril. Bất kỳ chất khởi đầu polyme hóa nào trong số này đều có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai chất khởi đầu trở lên trong số chúng có thể được sử dụng kết hợp. Lượng chất khởi đầu polyme hóa được sử dụng thường là 0,001 phần trọng lượng trở lên, 10 phần trọng lượng trở xuống, tốt hơn là 0,01 phần trọng lượng trở lên, 5 phần trọng lượng trở xuống, tốt hơn là 0,01 phần trọng lượng trở lên, 2 các phần theo trọng lượng trở xuống, đối với 100 phần theo trọng lượng của hỗn hợp monome.

Hơn nữa, chất khởi đầu peroxit có thể được sử dụng như chất khởi đầu polyme hóa loại oxy hóa khử kết hợp với chất khử. Chất khử không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ về chúng bao gồm: các hợp chất chứa ion kim loại ở trạng thái khử, chẳng hạn như sunfat sắt và naphthenat dạng cốc; sulfonat, chẳng hạn như natri methanesulfonat; formaldehyde sulfoxylat, chẳng hạn như natri formaldehyt sulfoxylat; 2-hydroxy-2-sulfonatoacetat, chẳng hạn như dinatri 2-hydroxy-2-sulfonatoacetat; 2-hydroxy-2-sulfinatoacetat, chẳng hạn như dinatri 2-hydroxy-2-sulfinatoacetat; amin, chẳng hạn như formdimethyl anilin; và axit ascorbic. Bất kỳ chất khử nào trong số này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều chất khử đó có thể được sử dụng kết hợp. Số lượng chất khử được sử dụng không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, xét về tỷ lệ trọng lượng đối với peroxit (peroxit/chất khử) là 0,01 trở lên, 100 trở xuống, tốt hơn là 0,1 trở lên, 50 trở xuống.

Chất kết thúc quá trình polyme hóa

Chất kết thúc polyme hóa không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ về chúng bao gồm: nitrit, chẳng hạn như natri nitrit, kali nitrit, và amoni nitrit; axit ascorbic; axit xitric; hydroxylamin; hydroxylamin sulfat; diethylhydroxylamin; axit hydroxylamin sulfonic và muối kim loại kiềm của chúng; các hợp chất 2,2,6,6-tetramethylpiperidinoxyl, chẳng hạn như 4-benzoyloxy-2,2,6,6-tetramethylpiperidinoxyl; natri dimetyldithiocacamat; dimetyldithiocacamat; dẫn xuất hydroquinone; dẫn xuất catechol; dẫn xuất resorcinol; và axit hydroxydithiocarboxylic thơm, chẳng hạn như axit hydroxydimethylbenzen dithiocarboxylic, axit hydroxydiethylbenzene dithiocarboxylic và hydroxydibutylbenzen axit dithiocarboxylic, và các muối kim loại kiềm của chúng. Chất kết thúc polyme hóa có thể được thêm vào sau hoặc đồng thời với việc bổ sung dung dịch bazơ vô cơ trong nước, chẳng hạn như dung dịch natri hydroxit trong nước, dung dịch kali hydroxit trong nước, hoặc amoniac trong nước. Lượng chất kết thúc polyme hóa được sử dụng thường là 0,01 phần trọng lượng trở lên, 5 phần trọng lượng trở xuống, tốt nhất là 0,03 phần trọng lượng trở lên, 2 phần trọng lượng trở xuống, đối với 100 phần trọng lượng của monome hỗn hợp.

Sau khi kết thúc phản ứng polyme hóa, theo yêu cầu, ví dụ, các monome không phản ứng được loại bỏ, nồng độ chất rắn và độ pH được điều chỉnh, và chất hoạt động bề mặt, chất chống lão hóa, chất bảo quản, chất kháng khuẩn và những chất tương tự được thêm vào, nhờ đó một loại mũ mong muốn được tạo ra. Ở đây cần lưu ý rằng, trong phương pháp sản xuất mũ theo sáng chế, các vật liệu phụ gia polyme hóa như chất khử oxy, chất phân tán, chất hoạt động bề mặt, chất tạo chelat, chất điều chỉnh trọng lượng phân tử, chất điều chỉnh kích thước hạt, chất chống chất lão hóa và chất bảo quản có thể được thêm vào theo yêu cầu. Các thành phần phụ gia của quá trình polyme hóa này có thể là hợp chất hữu cơ hoặc hợp chất vô cơ.

Đánh giá cấu trúc liên kết ngang của chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl

Có nhiều phương pháp khác nhau để đánh giá mức độ cấu trúc liên kết ngang của chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl; tuy nhiên, là một phương pháp đánh giá dễ dàng và có độ tái lập tốt, có thể sử dụng phương pháp đo mức độ của các cấu trúc liên kết ngang và giả định lượng thành phần không hòa tan trong dung môi gốc của polyme. Khi polyme là XNBR, mức độ của các cấu trúc liên kết ngang có thể được đánh giá bằng cách đo lượng thành phần không hòa tan trong methyl ethyl xeton (MEK). Thông

thường, hàm lượng không hòa tan trong MEK bị ảnh hưởng bởi, ví dụ, sự gia tăng lượng cấu trúc liên kết ngang giữa các chuỗi polyme sơ cấp được tạo ra bởi quá trình polyme hóa nhũ tương và lượng polyme mạch bên phát triển từ các mạch polyme chính.

Phương pháp chi tiết để đo hàm lượng không hòa tan trong MEK sẽ được mô tả bên dưới trong phần ví dụ thực hiện sáng chế.

(2) Chất tạo liên kết ngang Epoxy

Mục đích của sáng chế là sản xuất sản phẩm đúc dẻo có tỷ lệ duy trì ứng suất cao. Để đạt được điều này, chất đàn hồi được mô tả ở trên có hàm lượng không hòa tan trong MEK từ 60% trọng lượng trở lên, và các cấu trúc liên kết ngang được đưa vào các hạt của nó để cho phép một lượng lớn các nhóm carboxyl tồn tại trong các hạt. Về mặt này, cần phải chọn chất liên kết ngang phù hợp để cải thiện mật độ liên kết ngang và tăng tỷ lệ duy trì ứng suất bằng cách cho phép một lượng lớn chất tạo liên kết ngang thâm nhập vào các hạt mủ, liên kết ngang với các nhóm carboxyl trong hạt mủ, và do đó tăng cường liên kết ngang bên trong hạt. Mặt khác, các tác giả sáng chế tập trung vào điều đó, khi chất tạo liên kết ngang epoxy được sử dụng làm chất tạo liên kết ngang, một phần của nó có thể thâm nhập vào nhiều hạt mủ để tạo thành liên kết ngang bên trong hạt với các nhóm carboxyl trong các hạt. Chế phẩm đúc nhúng bao gồm nước và các hạt mủ, và mỗi hạt mủ được tạo thành bởi vùng ưa nước và vùng ưa béo (vùng kỵ nước).

Bên trong các hạt mủ này tương tự như methyl isobutyl xeton (MIBK); do đó, các tác giả sáng chế đã đo tỷ lệ phân phối MIBK/nước của chất tạo liên kết ngang epoxy. Phép đo này được thực hiện để kiểm tra tỷ lệ của chất tạo liên kết ngang epoxy hòa tan trong nước và MIBK trong hỗn hợp của chúng, và người ta tin rằng tỷ lệ chất tạo liên kết ngang epoxy hòa tan trong MIBK càng cao thì lượng chất tạo liên kết ngang epoxy thâm nhập vào các hạt mủ càng lớn và do đó sự đóng góp của chất tạo liên kết ngang epoxy vào liên kết ngang bên trong hạt càng lớn.

Trong khi đó, vì chất tạo liên kết ngang epoxy bị vô hiệu hóa bởi quá trình thủy phân trong vùng ưa nước trong môi trường kiềm, các tác giả sáng chế đã sử dụng tỷ lệ phân phối MIBK/nước của chất tạo liên kết ngang epoxy làm tham chiếu để lựa chọn chất tạo liên kết ngang epoxy có tuổi thọ dài hơn. Kết quả là, đã phát hiện ra rằng: chất tạo liên kết ngang epoxy có tỷ lệ phân phối MIBK/nước là 27% trở lên và chứa hợp chất

epoxy có ba hoặc nhiều nhóm ete glyxidyl trong phân tử và khung cơ bản chứa hydrocarbon mạch hở, béo hoặc thơm, tức là hợp chất epoxy hóa trị ba hoặc cao hơn hầu như khó hòa tan trong nước, có thể cung cấp tuổi thọ khoảng 3 ngày, điều kiện tối thiểu cần thiết để sản xuất găng tay; và tuổi thọ của khoảng 5 ngày có thể đạt được khi tỷ lệ phân phối MIBK/nước là 50% trở lên trong khi tuổi thọ là 7 ngày trở lên có thể đạt được khi tỷ lệ phân phối MIBK/nước là 70% trở lên.

Theo phương án này, chất tạo liên kết ngang epoxy có tỷ lệ phân phối MIBK/nước là 50% trở lên được sử dụng để cho phép một lượng lớn chất tạo liên kết ngang epoxy thâm nhập vào các hạt. Hơn nữa, trong các cấu trúc liên kết ngang liên kết cộng hóa trị được hình thành bởi chất tạo liên kết ngang epoxy, các liên kết khác với liên kết ion được hình thành bởi kẽm ở chỗ chúng khó có thể bị phá vỡ; do đó, các cấu trúc liên kết ngang như vậy có ưu điểm là chúng không làm giảm tính linh hoạt vốn có của mũ được mô tả ở trên.

Các dấu hiệu này của chất tạo liên kết ngang epoxy bây giờ sẽ được mô tả từng cái một. Chất tạo liên kết ngang epoxy chứa hợp chất epoxy chứa ba hoặc nhiều nhóm glyxidyl ete trong phân tử và có khung cơ bản chứa hydrocarbon vòng no, béo hoặc thơm.

Hợp chất epoxy có chứa ba nhóm ete glyxidyl trở lên trong phân tử và có khung cơ bản chứa hydrocarbon mạch hở, béo hoặc thơm.

Hợp chất epoxy là hợp chất thường có ba nhóm ete glyxidyl trở lên và khung cơ bản chứa hydrocarbon mạch hở, béo hoặc thơm (hợp chất này sau đây còn được gọi là "hợp chất epoxy hóa trị ba trở lên"). Hợp chất epoxy có ba nhóm ete glyxidyl trở lên thường có thể được sản xuất bằng cách cho phép epihalohydrin và rượu có ba nhóm hydroxy trở lên trong một phân tử phản ứng với nhau.

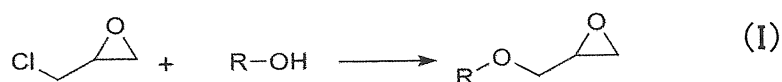
Các ví dụ về rượu có ba nhóm hydroxy trở lên tạo thành khung cơ bản của hợp chất epoxy hóa trị ba trở lên bao gồm glycerol béo, diglycerol, triglycerol, polyglycerol, sorbitol, sorbitan, xylitol, erythritol, trimetylolpropan, trimetylolethan, pentaerythritol, cresol novolac thơm và trishydroxyphenylmetan.

Trong số các hợp chất epoxy hóa trị ba trở lên, ưu tiên sử dụng polyglyxidyl ete.

Cụ thể, ưu tiên sử dụng chất tạo liên kết ngang epoxy có chứa ít nhất một chất được chọn từ glycerol triglycidyl ete, trimethylolpropan triglycidyl ete, sorbitol triglycidyl ete, sorbitol tetraglycidyl ete, pentaerythritol triglycidyl ete và pentaerythritol tetraglycidyl ete, và ưu tiên sử dụng chất tạo liên kết ngang epoxy có chứa ít nhất một chất được chọn từ trimethylolpropan triglycidyl ete, triethylolpropan triglycidyl ete, pentaerythritol triglycidyl ete và pentaerythritol tetraglycidyl ete.

Về chất tạo liên kết ngang epoxy có chứa hợp chất epoxy có hóa trị ba trở lên

Trong số các chất tạo liên kết ngang epoxy, những chất có chứa hợp chất epoxy có nhóm glycidyl ete thường có thể được sản xuất bằng cách cho phép nhóm hydroxy của rượu phản ứng với epihalohydrin như sau. Ở đây cần lưu ý rằng, trong công thức (I) sau đây, để mô tả đơn giản hơn, rượu đơn chức được sử dụng làm rượu.



Hợp chất epoxy chứa trong chất tạo liên kết ngang epoxy có thể có hóa trị hai đến khoảng hóa trị bảy tùy thuộc vào lượng nhóm hydroxy của rượu được sử dụng làm nguyên liệu. Tuy nhiên, ví dụ, ngay cả trong quá trình tổng hợp hợp chất epoxy hóa trị ba làm hợp chất đích, một số loại hợp chất được tạo ra do các phản ứng phụ trong quá trình phản ứng và hợp chất epoxy hóa trị hai thường được bao gồm trong đó.

Do đó, ví dụ, chất tạo liên kết ngang epoxy hóa trị ba thường thu được dưới dạng hỗn hợp các hợp chất epoxy hóa trị hai và hóa trị ba. Ngay cả trong những chất tạo liên kết ngang thường được gọi là "chất tạo liên kết ngang epoxy hóa trị ba", tỷ lệ hàm lượng của hợp chất epoxy hóa trị ba, là thành phần chính, được cho là khoảng 50%.

Ngoài ra, một số chất tạo liên kết ngang epoxy hầu như không hòa tan trong nước, và điều này phần lớn được cho là do tác dụng của clo và những chất tương tự có trong cấu trúc của các hợp chất epoxy.

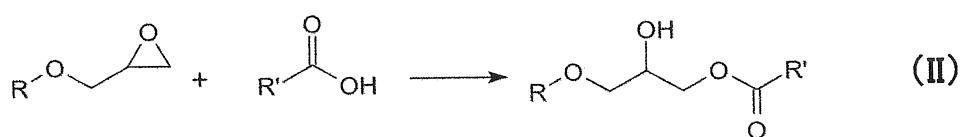
Chất tạo liên kết ngang epoxy tốt hơn là chất có chứa hợp chất epoxy hóa trị ba trở lên thu được bằng phản ứng giữa epihalohydrin và rượu có ba nhóm hydroxy trở lên.

Là epihalohydrin, có thể sử dụng ít nhất một loại được chọn từ epichlorohydrin, epibromohydrin và epiiodohydrin. Trong số đó, ưu tiên sử dụng epichlorohydrin. Hơn nữa, chất tạo liên kết ngang epoxy hóa trị ba trở lên và chất tạo liên kết ngang epoxy

hóa trị hai có thể được sử dụng kết hợp như một hỗn hợp. Ngoài ra, trong sản xuất chất tạo liên kết ngang epoxy hóa trị ba trở lên, rượu có ba nhóm hydroxy trở lên và rượu có hai nhóm hydroxy có thể được trộn lẫn và cho phép phản ứng với nhau.

Phản ứng tạo liên kết ngang giữa hợp chất epoxy và nhóm carboxyl của XNBR

Phản ứng tạo liên kết ngang giữa hợp chất epoxy và nhóm carboxyl của XNBR diễn ra như được minh họa trong công thức (II) sau đây. Ở đây cần lưu ý rằng, từ quan điểm đơn giản của bản mô tả, hợp chất epoxy đơn hóa trị được sử dụng trong công thức (II) sau đây.



Hợp chất epoxy tạo thành liên kết ngang với nhóm carboxyl có trong XNBR và là điều kiện tối ưu để hình thành liên kết ngang với hợp chất epoxy, ví dụ, hợp chất epoxy được làm nóng trong bước đóng rắn ở 120 °C trở lên để gây ra phản ứng mở vòng của nhóm epoxy của nó.

Chất tạo liên kết ngang epoxy có tỷ lệ phân phối MIBK/nước từ 50% trở lên

Chất tạo liên kết ngang epoxy bắt buộc phải có tỷ lệ phân phối MIBK/nước từ 50% trở lên. Tỷ lệ phân phối MIBK/nước tốt hơn là 70% trở lên. Tỷ lệ phân phối MIBK/nước tương quan với tuổi thọ của chất tạo liên kết ngang epoxy hóa trị ba trở lên và tuổi thọ 5 ngày khi tỷ lệ phân phối MIBK/nước là 50% trở lên trong khi tuổi thọ là 7 ngày trở lên khi tỷ lệ phân phối MIBK/nước là 70% trở lên; do đó, tỷ lệ phân phối MIBK/nước từ 50% trở lên được đánh giá là được ưu tiên và áp dụng. Giới hạn trên của tỷ lệ phân phối MIBK/nước không cần phải thiết lập cụ thể và nó có thể là 100% trở xuống.

Chế phẩm đúc nhúng được chia thành vùng kỵ nước của các hạt mủ và vùng kỵ nước của dung môi và trong số các chất tạo liên kết ngang epoxy, ưu tiên sử dụng chất này khó tan trong nước và dễ dàng thâm nhập vào các hạt mủ tạo thành vùng kỵ nước của chất đàn hồi.

Hơn nữa, người ta tin rằng phần lớn chất tạo liên kết ngang epoxy tồn tại bên trong các hạt mủ trong chế phẩm đúc nhúng và do đó phản ứng với các nhóm carboxyl

có trong các hạt mù để liên kết ngang với chất đàn hồi, do đó mật độ liên kết ngang và sự duy trì tỷ lệ ứng suất của sản phẩm đúc thu được có thể được cải thiện.

Tỷ lệ phân phối MIBK/nước có thể được xác định như sau.

Đầu tiên, khoảng 5,0 g nước, khoảng 5,0 g MIBK và khoảng 0,5 g chất tạo liên kết ngang epoxy được cân chính xác và cho vào ống nghiệm. Trọng lượng của MIBK và của chất tạo liên kết ngang epoxy được xác định tương ứng là M (g) và E (g).

Hỗn hợp này được trộn kỹ bằng cách khuấy trong 3 phút ở nhiệt độ $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ và sau đó được tách thành lớp nước và lớp MIBK bằng cách ly tâm 10 phút ở $1,0 \times 10^3$ G. Sau đó, trọng lượng của lớp MIBK được đo và xác định là ML (g).

$$\text{Tỷ lệ phân phối MIBK/nước (\%)} = (\text{ML (g)} - \text{M (g)})/\text{E (g)} \times 100$$

Phép đo được mô tả ở trên được thực hiện ba lần và giá trị trung bình của nó được xác định là tỷ lệ phân phối MIBK/nước.

b. Các thuộc tính ưu tiên của chất tạo liên kết ngang epoxy

Số nhóm epoxy trung bình

Như đã mô tả ở trên, ngay cả chất tạo liên kết ngang epoxy hóa trị ba trở lên cũng chứa hợp chất epoxy hóa trị hai thông qua phản ứng phụ; do đó, trong đánh giá sản phẩm, điều quan trọng là phải biết số lượng trung bình của nhóm epoxy và từ đó hiểu được tỷ lệ của hợp chất chứa nhóm epoxy hóa trị ba.

Số lượng nhóm epoxy trung bình có thể được xác định bằng cách: xác định các hợp chất epoxy có trong chất tạo liên kết ngang epoxy bằng sắc ký thẩm thấu gel (gel permeation chromatography-GPC); tính số lượng nhóm epoxy cho mỗi hợp chất epoxy bằng cách nhân số lượng nhóm epoxy trong một phân tử của mỗi hợp chất epoxy với số mol của hợp chất epoxy; và chia tổng giá trị của số nhóm epoxy cho tổng số mol của tất cả các hợp chất epoxy có trong chất tạo liên kết ngang epoxy.

Chất tạo liên kết ngang epoxy được sử dụng theo phương án này tốt hơn là có số lượng nhóm epoxy trung bình lớn hơn 2,0 và theo quan điểm của việc thu được sản phẩm đúc có các đặc tính vật lý thuận lợi, thì số lượng nhóm epoxy trung bình tốt hơn là từ 2,3 trở lên, tốt hơn nữa là 2,5 trở lên. Trong khi đó, giới hạn trên của số lượng nhóm epoxy trung bình có thể là, ví dụ, 7 trở xuống, hoặc 4 trở xuống.

Đương lượng epoxy

Từ quan điểm của việc thu được sản phẩm đúc có tỷ lệ duy trì ứng suất thuận lợi và độ bền mỏi, đương lượng epoxy của hợp chất epoxy tốt hơn là không nhỏ hơn 100 g/eq, nhưng tốt hơn là từ 230 g/eq trở xuống, tốt hơn là 200 g/eq trở xuống.

Đương lượng epoxy của hợp chất epoxy, là giá trị nhận được bằng cách lấy trọng lượng phân tử trung bình của hợp chất epoxy chia cho số nhóm epoxy trung bình, cho biết trọng lượng trung bình của mỗi nhóm epoxy. Giá trị này có thể được đo bằng phương pháp axit pecloric.

Trọng lượng phân tử

Từ quan điểm về khả năng phân tán trong nước, hợp chất epoxy có trọng lượng phân tử tốt hơn là 150 trở lên, 1500 trở xuống, tốt hơn nữa là 175 trở lên, 1400 trở xuống, tốt hơn nữa là 200 trở lên, 1300 trở xuống.

c. Lượng chất tạo liên kết ngang epoxy sẽ được thêm vào

Lượng chất tạo liên kết ngang epoxy được thêm vào thường không ít hơn 0,2 phần trọng lượng, tốt hơn là không ít hơn 0,3 phần trọng lượng, tốt hơn nữa là không ít hơn 0,5 phần trọng lượng, nhưng thường là 2,5 phần trọng lượng trở xuống, tốt hơn là 2,0 phần trọng lượng trở xuống, tốt hơn là 1,5 phần trọng lượng trở xuống, đối với 100 phần trọng lượng của chất đàn hồi. Khi lượng chất tạo liên kết ngang epoxy quá nhỏ, tỷ lệ duy trì ứng suất sẽ giảm; tuy nhiên, khi chất tạo liên kết ngang epoxy được thêm vào với lượng lớn hơn 2,5 phần trọng lượng, ví dụ, 3 phần trọng lượng, thì độ bền kéo và tỷ lệ giãn dài bị giảm.

(3) Chất phân tán của chất tạo liên kết ngang epoxy

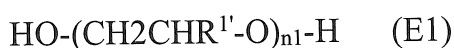
Hợp chất epoxy được yêu cầu duy trì ở trạng thái phân tán đồng đều trong chế phẩm đúc nhúng. Trong khi đó, chất tạo liên kết ngang epoxy có tỷ lệ phân phối MIBK/nước từ 50% trở lên có một vấn đề ở chỗ tỷ lệ phân phối MIBK/nước càng cao thì càng khó thêm chất tạo liên kết ngang vào mũ và càng ít khả năng chất tạo liên kết ngang được phân tán trong mũ.

Hợp chất epoxy ưa nước cao không có vấn đề gì về khả năng phân tán trong nước; tuy nhiên, đối với hợp chất epoxy được sử dụng trong sơn gốc dung môi, các tác

giả sáng chế đã xem xét việc hòa tan chất tạo liên kết ngang epoxy bằng chất phân tán trước khi kết hợp nó vào chất đàn hồi.

Đặc biệt, độ đục có xu hướng được quan sát thấy khi chất tạo liên kết ngang epoxy có tỷ lệ phân phối MIBK/nước từ 50% trở lên được hòa tan trong nước; do đó, nó được coi là cần thiết để phân tán chất tạo liên kết ngang epoxy như vậy bằng cách sử dụng chất phân tán. Hơn nữa, sự phân tán như vậy với chất phân tán là cần thiết trong sản xuất hàng loạt thực tế.

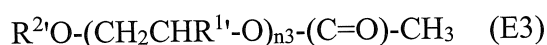
Chất phân tán của chất tạo liên kết ngang epoxy được mô tả ở trên (hợp chất) tốt hơn là ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm rượu đơn chức bậc thấp hơn, glycol được đại diện bởi công thức sau (E1), ete được đại diện bởi công thức sau (E2), và các este được có công thức sau (E3):



(trong đó, $\text{R}^{1'}$ là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl; và $n1$ là số nguyên từ 1 đến 3)



(trong đó, $\text{R}^{1'}$ là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl; $\text{R}^{2'}$ là nhóm hydrocarbon béo có từ 1 đến 5 nguyên tử carbon; $\text{R}^{3'}$ là nguyên tử hydro hoặc nhóm hydrocarbon béo có từ 1 đến 3 nguyên tử carbon; và $n2$ là số nguyên từ 0 đến 3)



(trong đó, $\text{R}^{1'}$ là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl; $\text{R}^{2'}$ là nhóm hydrocarbon béo có từ 1 đến 5 nguyên tử carbon; và $n3$ là số nguyên từ 0 đến 3).

Ví dụ về rượu đơn chức bậc thấp hơn bao gồm metanol và etanol.

Ví dụ về glycol được thể hiện bởi công thức (E1) bao gồm etylen glycol, propylen glycol, dietylen glycol, dipropylen glycol và tripropylen glycol.

Trong số các ete có công thức (E2), ví dụ về ete glycol bao gồm dietylen glycol monometyl ete, dietylen glycol monoisopropyl ete, dietylen glycol monobutyl ete, dietylen glycol monoisobutyl ete, trietylen glycol monometyl ete, trietylen glycol monobutyl ete, tripropylen glycol ete và trietylen glycol dimetyl ete. Là một ete có công thức (E2), ete trong đó $n2$ là 0 cũng có thể được sử dụng.

Ví dụ về các este có công thức (E3) bao gồm dietylen glycol monoethyl ete axetat và dietylen glycol monobutyl ete axetat.

Khi các chất phân tán được mô tả ở trên của hợp chất epoxy được sử dụng, bất kỳ một chất nào trong số chúng có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai chất trở lên có thể được sử dụng kết hợp. Tốt nhất nên sử dụng (các) chất phân tán mà không được trộn trước với nước.

Trong số các chất phân tán được mô tả ở trên, rượu được ưu tiên hơn và đặc biệt, ưu tiên sử dụng metanol, etanol hoặc dietylen glycol. Từ quan điểm về tính dễ bay hơi và dễ cháy, người ta đặc biệt ưu tiên sử dụng dietylen glycol.

Dietylen glycol được cho là được ưu tiên hơn vì nó có các nhóm glycol ưa nước cao và cấu trúc ete, đồng thời chứa cấu trúc hydrocarbon kỵ nước, do đó dễ hòa tan trong cả nước và chất đàn hồi.

Trong chế phẩm đúc nhúng, tỷ lệ trọng lượng của chất tạo liên kết ngang epoxy có chứa hợp chất epoxy và chất phân tán tốt hơn là 1:4 đến 1:1.

Khi hợp chất epoxy có tỷ lệ phân phối MIBK/nước cao được sử dụng để điều chế chế phẩm đúc nhúng, thì nên hòa tan trước hợp chất epoxy trong chất phân tán của nó và sau đó trộn hỗn hợp phân tán thu được với các thành phần khác của chế phẩm đúc nhúng.

(4) Chất tạo liên kết ngang kim loại

Theo phương án này, chất tạo liên kết ngang kim loại có thể được kết hợp thêm làm chất tạo liên kết ngang. Từ quan điểm cải thiện tính chất tạo màng, có thể thêm chất tạo liên kết ngang kim loại ngoài chất tạo liên kết ngang epoxy được mô tả ở trên và có hiệu quả nếu thêm một lượng nhỏ, ví dụ, hợp chất kẽm. Hợp chất kẽm tạo thành liên kết ngang giữa các hạt thông qua liên kết ngang ion và được kỳ vọng không chỉ duy trì độ bền kéo của sản phẩm đúc và ngăn cản sự trương nở lên của sản phẩm đúc trong dung dịch mồ hôi nhân tạo và giảm độ bền kéo mà còn cải thiện tính không thấm dung môi hữu cơ; tuy nhiên, nó có ảnh hưởng tiêu cực đến việc cải thiện tỷ lệ duy trì ứng suất và tính linh hoạt, đây là vấn đề cần được giải quyết theo sáng chế. Tuy nhiên, để cải thiện tính chất tạo màng của sản phẩm đúc, sẽ có lợi nếu thêm hợp chất kẽm với lượng sao cho không cho phép tác động tiêu cực xảy ra.

Ví dụ về hợp chất kẽm bao gồm kẽm oxit và kẽm hydroxit, và chủ yếu sử dụng kẽm oxit. Kẽm oxit được sử dụng trong phương án này của sáng chế không bị giới hạn cụ thể và thông thường, có thể sử dụng bất kỳ kẽm oxit thường được sử dụng nào.

Khi kẽm oxit được đưa vào chế phẩm đúc nhúng theo phương án hiện tại, lượng của nó được thêm vào là 0,1 phần trọng lượng trở lên, 1,0 phần trọng lượng trở xuống, tốt hơn là 0,2 phần trọng lượng trở lên, 0,7 phần trọng lượng trở xuống, tốt hơn là từ 0,2 phần trọng lượng trở lên, 0,6 phần trọng lượng trở xuống, đối với 100 phần trọng lượng của chất đàn hồi có trong chế phẩm đúc nhúng.

(5) Chất điều chỉnh pH

Khái niệm điều chỉnh độ pH trong chế phẩm đúc nhúng XNBR thông thường thường là tăng độ pH của mũ khoảng 8,3 đến phạm vi 10 trở lên, 11 trở xuống hoặc thấp hơn hoặc trong khoảng đó để định hướng các nhóm carboxyl, được định hướng ở bên trong bề mặt hạt mũ, ra bên ngoài ở dạng ion carboxylat (COO^-). Bằng cách này, các ion kẽm của chất tạo liên kết ngang kim loại và các ion canxi có thể được liên kết ngang với nhau với chất tạo liên kết ngang hữu cơ tạo thành các liên kết ngang giữa các hạt. Trong sản phẩm đúc thu được, độ bền kéo và độ bền mỏi được cải thiện, và các liên kết ngang giữa các hạt được hình thành để giảm thiểu nhược điểm của mũ cao su tổng hợp. Hơn nữa, vì bản thân các hạt mũ, những hạt thẳng và chứa càng ít cấu trúc liên kết ngang càng tốt với hàm lượng không hòa tan trong MEK từ 0% trọng lượng trở lên, khoảng 30% trọng lượng trở xuống được sử dụng trong nhiều trường hợp, và những hạt mũ này được tạo ra sao cho một số lượng lớn các nhóm carboxyl tồn tại ở các bề mặt hạt. Theo nghĩa này, người ta tin rằng độ pH cao, ví dụ, 10,5 được ưu tiên hơn; tuy nhiên, độ pH từ 11 trở lên làm cho màng tạo thành cứng và giá trị này do đó được coi là một giới hạn.

Theo phương án hiện tại, trong đó mục đích cải thiện tỷ lệ duy trì ứng suất bằng cách giữ càng nhiều nhóm carboxyl càng tốt bên trong các hạt mũ và do đó tăng cường liên kết ngang bên trong hạt bằng cách sử dụng chất tạo liên kết ngang epoxy thâm nhập vào các hạt, tuy nhiên, độ pH cao hơn, ví dụ, 10,5 làm cho các nhóm carboxyl được định hướng ở bên ngoài tại các bề mặt hạt, và làm giảm tỷ lệ duy trì ứng suất. Ngoài ra, vì chất tạo liên kết ngang epoxy cũng góp phần một phần vào liên kết ngang giữa các hạt, khi độ pH thấp hơn 9,5, mặc dù tỷ lệ duy trì ứng suất được cải thiện, nhưng độ bền lại bị giảm. Theo nghĩa này, điều chỉnh độ pH là quan trọng trong phương án này và độ pH

được điều chỉnh, ví dụ, tốt hơn là 9,5 trở lên, 10,5 trở xuống, tốt hơn là 10,0 trở lên, 10,5 trở xuống, sử dụng chất điều chỉnh độ pH. Liên quan đến việc điều chỉnh độ pH, độ pH thấp hơn dẫn đến tỷ lệ duy trì ứng suất cao hơn và tăng độ giãn dài và độ dẻo. Mặt khác, độ pH cao hơn dẫn đến độ bền kéo cao hơn.

Là chất điều chỉnh độ pH, các hợp chất amoniac, hợp chất amin và hydroxit kim loại kiềm có thể được sử dụng. Ở đây, ưu tiên sử dụng hydroxit kim loại kiềm vì điều này giúp điều chỉnh các điều kiện sản xuất như độ pH và điều kiện tạo keo dễ dàng hơn và trong số các hydroxit kim loại kiềm, thuận tiện nhất là sử dụng kali hydroxit (KOH). Trong các ví dụ được mô tả dưới đây, KOH chủ yếu được sử dụng làm chất điều chỉnh độ pH.

Lượng chất điều chỉnh độ pH được thêm vào khoảng 0,1 phần trọng lượng trở lên, 3,0 phần trọng lượng trở xuống đối với 100 phần trọng lượng của chất đàn hồi có trong chế phẩm đúc nhúng; tuy nhiên, trong công nghiệp, chất điều chỉnh độ pH thường được sử dụng với số lượng khoảng 1,8 phần trọng lượng trở lên, 2,0 phần trọng lượng trở xuống.

(6) Các thành phần khác

Chế phẩm đúc nhúng có chứa các thành phần được mô tả ở trên và nước, thông thường, có thể chứa thêm các thành phần tùy chọn khác.

Chế phẩm đúc nhúng có thể chứa thêm chất phân tán. Chất phân tán này tốt hơn là chất hoạt động bề mặt anion, và các ví dụ của chúng bao gồm carboxylat, sulfonat, photphat, polyphotphat, alkyl aryl sulfonat có trọng lượng phân tử cao, naphtalen sulfonat trọng lượng phân tử cao và polyme ngưng tụ naphtalen/fomandehit trọng lượng phân tử cao, trong số đó tốt hơn là sử dụng sulfonat.

Là chất phân tán, sản phẩm bán sẵn cũng có thể được sử dụng. Ví dụ, có thể sử dụng "TAMOL NN9104" do BASF Japan Ltd. sản xuất. Lượng của nó được sử dụng tốt nhất là khoảng 0,5 phần trọng lượng trở lên, 2,0 phần trọng lượng trở xuống đối với 100 phần trọng lượng của chất đàn hồi có trong chế phẩm đúc nhúng.

Chế phẩm đúc nhúng có thể chứa nhiều chất phụ gia khác. Các ví dụ về các chất phụ gia bao gồm chất chống oxy hóa, chất màu và chất tạo chelat. Là chất chống oxy hóa, có thể sử dụng chất chống oxy hóa loại phenol bị án ngữ, chẳng hạn như

WINGSTAY L. Hơn nữa, chẳng hạn như chất màu, titan dioxit có thể được sử dụng. Ví dụ như tác nhân tạo chelat, natri etylenđiaminetetraaxetat có thể được sử dụng.

Chế phẩm đúc nhúng của phương án này có thể được điều chế bằng cách trộn chất đàn hồi và chất tạo liên kết ngang epoxy, thường cùng với chất điều chỉnh độ pH, nước và, nếu được yêu cầu, các chất phụ gia khác nhau như chất giữ ẩm, chất phân tán và chất chống oxy hóa, sử dụng các phương tiện trộn thường được sử dụng như máy trộn.

2. Phương pháp sản xuất sản phẩm đúc

Phương án khác của sáng chế là sản phẩm đúc (sản phẩm đúc nhúng) là sản phẩm đã đóng rắn của chế phẩm đúc nhúng được mô tả ở trên. Sản phẩm đúc nhúng này có thể được sử dụng làm ví dụ như găng tay dùng trong phẫu thuật, thí nghiệm, công nghiệp hoặc gia dụng, thiết bị y tế như bao cao su hoặc ống thông, hoặc sản phẩm như bóng bay, núm vú hoặc bao ngón tay, và sản phẩm đúc có thể đặc biệt được sử dụng làm găng tay. Phương pháp sản xuất sản phẩm đúc bây giờ sẽ được mô tả cho trường hợp sản phẩm đúc là găng tay.

Phương pháp sản xuất sản phẩm đúc là sản phẩm được đóng rắn của chế phẩm đúc nhúng không bị giới hạn cụ thể và phương pháp này bao gồm: bước đông tụ chế phẩm đúc nhúng để tạo thành màng trên khuôn hoặc khuôn tạo hình để đúc nhúng (khuôn tạo hình găng tay); và bước tạo ra các cấu trúc liên kết ngang trong chất đàn hồi. Như một phương pháp đông tụ chế phẩm đúc nhúng để tạo thành màng, ví dụ, bất kỳ phương pháp ngâm trực tiếp nào, phương pháp ngâm đông tụ, phương pháp ngâm điện và phương pháp ngâm nhạy cảm với nhiệt có thể được sử dụng và, trong đó, phương pháp ngâm trực tiếp và phương pháp ngâm đông tụ được ưu tiên.

Phương pháp sản xuất găng tay như sản phẩm đúc giờ đây sẽ được mô tả chi tiết cho trường hợp sử dụng phương pháp ngâm đông tụ làm phương pháp đông tụ chế phẩm đúc nhúng để tạo thành màng.

Ví dụ, găng tay có thể được sản xuất bằng phương pháp sản xuất sau đây bao gồm:

(1) bước kết dính chất đông tụ (bước cho phép chất đông tụ kết dính vào khuôn tạo hình găng tay);

- (2) bước già hóa (bước điều chỉnh và khuấy chế phẩm đúc nhúng);
- (3) bước nhúng (bước nhúng khuôn tạo hình găng tay vào chế phẩm đúc nhúng);
- (4) bước tạo keo (bước tạo keo tạo màng được tạo hình trên khuôn tạo hình găng tay để chuẩn bị tiền chất tạo màng đóng rắn);
- (5) bước rửa trôi (bước loại bỏ tạp chất từ tiền chất màng đóng rắn hình thành trên khuôn tạo hình găng tay);
- (6) bước gấp mép (bước tạo cuộn trong phần cổ tay của găng tay sẽ thu được);
- (7) bước đóng rắn (bước làm nóng và làm khô tiền chất màng được đóng rắn ở nhiệt độ cần thiết cho phản ứng tạo liên kết ngang),

các bước (3) đến (7) được thực hiện theo thứ tự đã đề cập.

Phương pháp sản xuất được mô tả ở trên có thể tùy chọn bao gồm bước sau (6') giữa các bước (6) và (7):

(6') bước đóng rắn sơ bộ (bước làm nóng và làm khô tiền chất màng đóng rắn ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ của bước đóng rắn).

Phương pháp sản xuất được mô tả ở trên có thể tùy chọn bao gồm thêm bước sau (7') sau bước (7):

(7') bước xử lý chống tắc nghẽn.

Phương pháp thực hiện xử lý chống tắc nghẽn không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ về phương pháp đó bao gồm: phương pháp khử trùng bằng clo trong đó xử lý được thực hiện bằng cách ngâm trong dung dịch nước hỗn hợp của natri hypoclorit và axit clohydric, hoặc sử dụng buồng chứa khí clo; phương pháp phủ polyme trong đó polyme có tính năng chống tắc nghẽn được phủ lên sản phẩm đúc; và phương pháp bùn trong đó sản phẩm đúc được ngâm trong dung dịch nước có chứa thành phần chất bôi trơn. Có thể sử dụng bất kỳ phương pháp nào trong số này, và bước xử lý chống tắc nghẽn có thể được thực hiện sau khi lấy sản phẩm đúc nhúng ra khỏi khuôn tạo hình găng tay.

Phương pháp sản xuất được mô tả ở trên cũng bao gồm phương pháp sản xuất găng tay bằng cách gọi là nhúng kép, trong đó các bước (3) và (4) được lặp lại hai lần.

Ở đây cần lưu ý rằng thuật ngữ "tiền chất màng đóng rắn" được sử dụng ở đây đề cập đến màng được tạo thành từ chất đàn hồi được kết tụ trên khuôn tạo hình găng tay bởi chất đông tụ trong bước nhúng, màng này đã được tạo keo ở một mức độ nhất định do sự phân tán của canxi trong đó ở bước tạo keo tiếp theo nhưng chưa được đóng rắn cuối cùng.

Các bước được mô tả ở trên bây giờ sẽ được mô tả chi tiết.

(1) Bước kết dính chất đông tụ

(a) Khuôn tạo hình găng tay được ngâm trong dung dịch đông tụ có chứa chất đông tụ và các ion Ca^{2+} làm chất tạo keo với lượng thường từ 5% trọng lượng trở lên, 40% trọng lượng trở xuống, tốt hơn là 8% trọng lượng trở lên, 35% trọng lượng trở xuống.

Trong quá trình này, khoảng thời gian để chất đông tụ và các chất tương tự bám vào bề mặt của khuôn tạo hình găng tay được thiết lập sao cho phù hợp và thường là 10 giây trở lên, 20 giây trở xuống. Cũng có thể sử dụng muối vô cơ khác có tác dụng làm cho chất đàn hồi kết tủa. Đặc biệt, ưu tiên sử dụng canxi nitrat. Chất đông tụ này thường được sử dụng ở dạng dung dịch nước chứa chất đông tụ với lượng từ 5% trọng lượng trở lên, 40% trọng lượng trở xuống.

Hơn nữa, ưu tiên là dung dịch đông tụ như vậy có chứa kali stearat, canxi stearat, dầu khoáng, dầu gốc este hoặc chất tương tự như chất tháo khuôn với lượng từ 0,5% trọng lượng trở lên, 2% trọng lượng trở xuống, ví dụ, khoảng 1% trọng lượng.

Dung dịch đông tụ không bị giới hạn cụ thể và nó thường được cung cấp dưới dạng hỗn hợp của thành phần đông tụ, dung môi, chất hoạt động bề mặt, chất giữ ẩm, chất độn vô cơ, chất tháo khuôn, và các chất tương tự. Ví dụ về thành phần đông tụ bao gồm: halogenua kim loại, chẳng hạn như bari clorua, canxi clorua, magie clorua, nhôm clorua và kẽm clorua; nitrat, chẳng hạn như bari nitrat, canxi nitrit và kẽm nitrat; axetat, chẳng hạn như bari axetat, canxi axetat và kẽm axetat; sunfat, chẳng hạn như canxi sunfat, magiê sunfat và nhôm sunfat; và các axit, chẳng hạn như axit axetic, axit sulfuric, axit clohydric và axit nitric. Các hợp chất này có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc kết hợp và trong đó, canxi nitrat và canxi clorua được ưu tiên hơn.

Dung môi được chọn theo yêu cầu trong số, ví dụ như nước, rượu và axit.

Chất hoạt động bề mặt được sử dụng với mục đích cho phép dung dịch đông tụ bám dính đồng nhất vào bề mặt của khuôn tạo hình găng tay và giúp dễ dàng loại bỏ lớp màng thu được khỏi khuôn tạo hình găng tay và chất hoạt động bề mặt không ion, xà phòng kim loại hoặc hợp chất khác được sử dụng làm chất hoạt động bề mặt.

Vì xà phòng kim loại, canxi stearat, amoni stearat hoặc kẽm stearat được sử dụng và theo yêu cầu, có thể sử dụng oxit kim loại, canxi carbonat, bột talc, chất độn vô cơ hoặc tương tự.

(b) Khuôn tạo hình găng tay đã dính dung dịch đông tụ được đặt trong tủ sấy có nhiệt độ bên trong từ 110 °C trở lên, 140 °C trở xuống trong 1 phút đến 3 phút để làm khô dung dịch đông tụ và do đó cho phép chất đông tụ dính toàn bộ hoặc một phần bề mặt của khuôn tạo hình găng tay. Trong quá trình này, cần lưu ý rằng khuôn tạo hình găng tay có nhiệt độ bề mặt khoảng 60 °C sau khi khô, và điều này ảnh hưởng đến các phản ứng tiếp theo.

(c) Canxi không chỉ có chức năng như một chất đông tụ để tạo màng trên bề mặt khuôn tạo hình găng tay, mà còn đóng góp vào chức năng tạo liên kết ngang một phần đáng kể của găng tay để cuối cùng được sản xuất. Chất tạo liên kết ngang kim loại có thể được thêm vào sau này có thể được cho là để bù đắp những hạn chế của canxi trong chức năng tạo liên kết ngang này.

(2) Bước già hóa

Như đã mô tả ở trên trong phần liên quan đến chất điều chỉnh độ pH của chế phẩm đúc nhúng, bước già hóa là bước điều chỉnh chế phẩm đúc nhúng được mô tả ở trên theo một phương án để có độ pH thường là 9,5 hoặc cao hơn, tốt hơn là 10,5 hoặc thấp hơn, tốt hơn là 10,0 đến 10,5 và khuấy chế phẩm đúc nhúng này. Người ta tin rằng, bằng bước này, các thành phần trong chế phẩm đúc nhúng được phân tán và đồng nhất.

(3) Bước nhúng

Bước nhúng là bước đổ chế phẩm đúc nhúng (chất lỏng nhúng), đã được khuấy ở bước già hóa được mô tả ở trên, vào bể nhúng và ngâm khuôn tạo hình găng tay, nơi chất đông tụ đã được kết dính và làm khô trong bước kết dính chất đông tụ được mô tả ở trên, trong bể ngâm này thường từ 1 giây trở lên, 60 giây trở xuống trong điều kiện nhiệt độ 25 °C trở lên, 35 °C trở xuống.

Trong bước này, các ion canxi có trong chất đông tụ làm cho chất đàn hồi có trong chế phẩm đúc nhúng kết tụ trên bề mặt của khuôn tạo hình găng tay, nhờ đó lớp màng được hình thành.

(4) Bước tạo keo

Bước tạo keo được thực hiện với mục đích cho phép quá trình tạo liên kết ngang của chất đàn hồi diễn ra nhẹ nhàng và do đó tạo ra sự keo hóa ở một mức độ nhất định để màng không bị biến dạng trong quá trình rửa trôi tiếp theo và đồng thời, phân tán canxi trong màng để đạt được đủ canxi liên kết ngang sau này. Đối với các điều kiện tạo keo, bước tạo keo thường được thực hiện trong 1 phút trở lên, 4 phút trở xuống trong phạm vi nhiệt độ thường là 30 °C trở lên, 140 °C trở xuống.

(5) Bước rửa trôi

(a) Bước rửa trôi là bước loại bỏ các chất hóa học dư thừa và các tạp chất cản trở quá trình đông rắn tiếp theo, chẳng hạn như canxi kết tủa trên bề mặt của tiền chất màng đông rắn, bằng cách rửa bằng nước. Thông thường, khuôn tạo hình găng tay được tráng trong nước nóng ở 30 °C trở lên, 80 °C trở xuống trong 1,5 phút trở lên, 4 phút trở xuống.

(b) Rửa trôi là bước quan trọng để loại bỏ chất nhũ hóa tạo thành màng các hạt mỡ để cho phép liên kết ngang diễn ra suôn sẻ trong bước đông rắn, duy trì chất tạo liên kết ngang kim loại trong màng bằng cách chuyển đổi các ion phức thành hydroxit không tan trong nước, và loại bỏ canxi dư thừa từ chất đông tụ và kali có nguồn gốc từ chất điều chỉnh độ pH.

(6) Bước gấp mép

Bước gấp nếp là bước sau khi hoàn thành bước rửa trôi, cuộn đầu cổ tay của găng tay của tiền chất màng đông rắn lên để tạo thành vòng có độ dày thích hợp và do đó gia cố đầu cổ tay. Phần được cuộn có độ kết dính tốt thu được bằng cách thực hiện bước gấp mép ở trạng thái ướt sau bước rửa trôi.

(6') Bước đông rắn sơ bộ

(a) Bước lưu hóa là bước, sau bước gấp mép, làm nóng và sấy khô tiền chất màng đã đông rắn ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ của bước đông rắn tiếp theo. Trong bước này,

gia nhiệt và sấy khô thường được thực hiện ở 60 °C trở lên, 90 °C trở xuống trong 30 giây trở lên, 5 phút trở xuống hoặc trong khoảng đó. Khi bước đóng rắn được thực hiện ở nhiệt độ cao mà không có bước đóng rắn sơ bộ, nước có thể bốc hơi nhanh và các vết phồng rộp có thể hình thành trên găng tay, làm giảm chất lượng; tuy nhiên, quá trình sản xuất có thể tiến tới bước đóng rắn mà không cần trải qua bước đóng rắn sơ bộ này.

(b) Nhiệt độ có thể được tăng lên đến nhiệt độ cuối cùng của bước đóng rắn mà không cần trải qua bước đóng rắn sơ bộ; tuy nhiên, khi quá trình đóng rắn được thực hiện trong nhiều lò sấy và lò sấy đầu tiên có nhiệt độ thấp hơn một chút, thì quá trình sấy được thực hiện trong lò sấy đầu tiên này tương ứng với bước đóng rắn sơ bộ.

(7) Bước đóng rắn

Bước đóng rắn là bước làm nóng và sấy khô tiền chất màng được đóng rắn ở nhiệt độ cao để cuối cùng hoàn thành tạo liên kết ngang và thu được màng đã đóng rắn làm găng tay. Quá trình gia nhiệt và sấy khô thường được thực hiện ở 90 °C trở lên, 140 °C trở xuống trong 10 phút trở lên, 30 phút trở xuống, tốt nhất là 15 phút trở lên, 30 phút trở xuống hoặc trong khoảng đó.

(8) Nhúng kép

Đối với phương pháp sản xuất găng tay, cái gọi là phương pháp nhúng một lần đã được mô tả ở trên. Ngược lại, bước nhúng và bước tạo keo có thể được thực hiện hai lần hoặc nhiều hơn, và quá trình này thường được gọi là "nhúng kép".

Nhúng kép được thực hiện với mục đích, ví dụ, hạn chế việc tạo ra các lỗ kim trong sản xuất găng tay dày (có độ dày khoảng lớn hơn 200 µm nhưng khoảng 300 µm trở xuống) cũng như trong sản xuất găng tay mỏng.

Như một điểm cần lưu ý đối với việc nhúng kép, ví dụ, để cho phép XNBR kết tụ trong bước nhúng thứ hai, cần có đủ thời gian trong bước tạo gel thứ nhất để canxi kết tủa đầy đủ trên bề mặt của màng thu được.

Khi các tính chất vật lý của sản phẩm đúc được sản xuất bằng chế phẩm đúc nhúng được đánh giá, việc đánh giá được tiến hành sau khi thực hiện điều hòa nhiệt độ và độ ẩm ít nhất một ngày sau khi lấy sản phẩm đúc ra khỏi khuôn tạo hình găng tay.

3. Sản phẩm đúc

Sản phẩm đúc (còn được gọi là "sản phẩm đúc nhúng") được sản xuất theo phương pháp sản xuất được mô tả ở trên sử dụng chế phẩm đúc nhúng được mô tả ở trên rất linh hoạt trong khi có tỷ lệ duy trì ứng suất ưu việt so với các sản phẩm đúc XNBR thông thường. Trong các sản phẩm đúc XNBR thông thường, tại thời điểm polyme hóa, số lượng cấu trúc liên kết ngang của mũ giảm và lượng lớn axit carboxylic được sử dụng để bổ sung các khoảng trống giữa các hạt bằng chất tạo liên kết ngang kim loại như kẽm; do đó, tính đàn hồi vốn có của cao su đã bị giảm đi. Ngược lại, trong sản phẩm đúc theo phương án hiện tại, độ đàn hồi vốn có của cao su, cụ thể là tỷ lệ duy trì ứng suất ưu việt và độ dẻo, được phục hồi, và các đặc tính vật lý khác được duy trì. Hơn nữa, trong chế phẩm này, không chỉ tỷ lệ duy trì ứng suất được tăng lên bởi các cấu trúc liên kết ngang của chính XNBR và các liên kết ngang bên trong hạt được hình thành bởi chất tạo liên kết ngang epoxy với các nhóm carboxyl có trong các hạt mũ, mà còn do lượng dư axit carboxylic trong các hạt mũ được giảm thiểu và liên kết ngang của chúng với canxi và kẽm được giảm thiểu càng nhiều càng tốt trong khi liên kết ngang giữa các hạt được bổ sung bởi một phần chất tạo liên kết ngang epoxy, nhờ đó có thể tạo ra sản phẩm đúc dẻo hơn. Trong mũ XNBR, tỷ lệ duy trì ứng suất cũng có thể được tăng lên bằng cách lưu hóa lưu huỳnh tạo ra một lượng lớn liên kết ngang giữa các hạt; tuy nhiên, điều này có một vấn đề là gây ra dị ứng loại IV. Ngoài ra, tỷ lệ duy trì ứng suất được giảm xuống bằng cách bổ sung liên kết ngang giữa các hạt với các liên kết ngang được hình thành bởi dư lượng axit carboxylic có trong các hạt latex và kẽm, và điều này làm cho sản phẩm đúc thu được trở nên cứng. Theo nghĩa này, các tác giả sáng chế tin rằng, để thay thế cho sản phẩm đúc được tạo ra bằng liên kết ngang lưu huỳnh, sản phẩm đúc được tạo ra bằng liên kết ngang epoxy là tối ưu trong số các lựa chọn có thể hình dung được hiện nay.

Các thuộc tính của sản phẩm đúc theo phương án này bây giờ sẽ được mô tả bằng cách sử dụng găng tay làm ví dụ.

Ví dụ về các đặc tính của găng tay được mô tả ở trên bao gồm độ bền kéo, độ cứng, tỷ lệ giãn dài, tỷ lệ duy trì ứng suất và độ bền mỏi.

Các đặc tính vật lý này có thể được đo bằng các phương pháp thử nghiệm tương ứng được mô tả dưới đây.

Độ bền kéo, độ cứng và tỷ lệ kéo dài

Độ bền kéo, độ cứng và tỷ lệ giãn dài của sản phẩm đúc nhúng được đo theo phương pháp quy định trong ASTM D412. Sản phẩm được đúc nhúng được đúc lỗ bằng Die-C do Dumbbell Co., Ltd. sản xuất để chuẩn bị mẫu thử. Mẫu thử được đo bằng máy kiểm tra đa năng AllroundLine Z-100 do ZwickRoell Corporation sản xuất với tốc độ kiểm tra 500 mm/phút, khoảng cách mâm cặp là 75 mm và khoảng cách vạch đo là 25 mm.

Vì tính chất vật lý của găng tay, độ bền kéo từ 14 MPa trở lên và tỷ lệ kéo dài 500% trở lên được coi là tham chiếu.

Đối với độ cứng, đặc biệt là từ quan điểm đạt được độ dẻo thỏa đáng mà không cản trở chuyển động của các ngón tay đeo găng tay, tập trung vào độ cứng ở độ giãn dài 100% (100% độ cứng), độ cứng ở độ giãn dài 300% (300 % độ cứng), và độ cứng ở độ giãn dài 500% (500% độ cứng).

Găng tay XNBR hiện có trên thị trường có độ cứng khoảng 3 đến 4 MPa ở độ giãn dài 100%, khoảng 9 đến 12 MPa ở độ giãn dài 300% và khoảng 20 đến 35 MPa ở độ giãn dài 500%; tuy nhiên, điều này có nghĩa là những găng tay XNBR này cứng hơn đáng kể so với cao su tự nhiên có độ cứng khoảng 1 đến 1,5 MPa, khoảng 3 đến 5 MPa và khoảng 8 đến 12 MPa, tương ứng. Theo quan điểm này, các tác giả sáng chế lấy 100% độ cứng từ 2 MPa trở xuống, 300% độ cứng từ 4 MPa trở xuống và 500% độ cứng từ 15 MPa trở xuống, và tin rằng, bằng cách đạt được các giá trị độ cứng này, có thể thu được đủ các hiệu ứng về mặt, ví dụ, dễ dàng thực hiện các thao tác tốt bằng đầu ngón tay.

Là một chỉ số về độ bền kéo, FAB (lực lúc nghi-Force at Break) cũng có thể được sử dụng.

Trong phép thử độ bền kéo của màng tạo thành sản phẩm đúc, FAB (tiêu chuẩn EN) tốt hơn là không nhỏ hơn 5,5 N, tốt hơn là không nhỏ hơn 6,0 N và giá trị giới hạn trên của nó không bị giới hạn cụ thể.

FAB có thể được đo theo phương pháp của tiêu chuẩn EN455-2: 2009 bằng cách sử dụng, ví dụ, thiết bị thử nghiệm STA-1225 (do Công ty TNHH A&D sản xuất) với tốc độ thử nghiệm là 500 mm/phút và khoảng cách mâm cặp 75 mm.

Tỷ lệ duy trì ứng suất

Tỷ lệ duy trì ứng suất được xác định như sau.

Mẫu thử được chuẩn bị từ sản phẩm đúc nhúng (màng đã đóng rắn) theo tiêu chuẩn ASTM D412 sử dụng Die-C do Dumbbell Co., Ltd., và các vạch đo được vẽ trên mẫu thử với khoảng cách vạch đo là 25 mm.

Mẫu thử này được gắn trên máy thử độ bền kéo ở khoảng cách mâm cặp là 90 mm và được kéo căng ở tỷ lệ giãn dài 500 mm/phút. Việc kéo căng của mẫu thử được kết thúc khi khoảng cách vạch đo được tăng gấp đôi và đồng thời đo ứng suất M0 ở độ giãn dài 100%. Sự thay đổi ứng suất được đo trong khi giữ nguyên mẫu thử sau khi kết thúc quá trình kéo căng, và ứng suất M6 được đo sau khoảng thời gian 6 phút. Sau đó, tỷ lệ duy trì ứng suất được tính là $(M6/M0) \times 100 (\%)$. Tỷ lệ duy trì ứng suất cao hơn cho thấy trạng thái mà ứng suất được duy trì nhiều hơn sau khi kéo căng, điều này thể hiện lực biến dạng đàn hồi lớn hơn khiến mẫu thử trở lại hình dạng ban đầu khi loại bỏ ngoại lực và làm cho găng tay trở nên tốt hơn vừa vặn và thắt chặt thuận lợi hơn phần cổ tay của nó, để găng tay ít bị nhăn hơn.

Tỷ lệ duy trì ứng suất được xác định theo phương pháp được mô tả ở trên là 30% đối với găng tay XNBR liên kết ngang bằng lưu huỳnh; do đó, sản phẩm đúc theo phương án này thuận lợi hơn khi là găng tay XNBR khi nó có tỷ lệ duy trì ứng suất là 50% trở lên, và tỷ lệ duy trì ứng suất tốt hơn là 60% trở lên.

Độ bền mỏi

Độ bền mỏi được biểu thị bằng thời gian cho đến khi mẫu thử quả tạ số 1 dài 120 mm theo tiêu chuẩn JIS K6251, được chuẩn bị từ sản phẩm đúc nhúng (màng đã được đóng rắn), bị rách khi mẫu thử được kéo dài nhiều lần và thả lỏng theo chiều dọc giữa chiều dài tối đa 195 mm và chiều dài tối thiểu là 147 mm bằng cách kéo phần trên của mẫu thử với phần dưới được cố định và ngâm trong dung dịch mồ hôi nhân tạo có chiều dài đến 60 mm. Việc kéo dài (195 mm) và thả lỏng (147 mm) có thể được thực hiện bằng cách lặp lại chu kỳ (12,8 giây/chu kỳ) duy trì mẫu thử ở trạng thái thả lỏng trong 11 giây, sau đó kéo dài mẫu thử đến chiều dài 195 mm (163%) trong 1,8 giây, và sau đó để mẫu thử giãn trở lại chiều dài 147 mm (123%).

Từ quan điểm ứng dụng thực tế của vật phẩm đúc nhúng làm găng tay, độ bền mỏi tốt nhất là 60 phút hoặc lâu hơn.

Đặc biệt hơn, thử nghiệm độ bền mỏi có thể được thực hiện bằng cách sử dụng thiết bị như được minh họa trên Fig. 1 cùng với mẫu thử hình quả tạ theo cách tương tự như trong trường hợp thực hiện phép thử kéo hoặc tương tự đối với sản phẩm cao su. Như minh họa trên Fig. 1(a), đầu dưới của mẫu thử được cố định bằng kẹp và mẫu thử được ngâm trong dung dịch mồ hôi nhân tạo có kích thước đến 60 mm. Sau đó, đầu trên của mẫu thử được kẹp lại, và mẫu thử được kéo dài và thả lỏng theo hướng thẳng đứng bằng cách sử dụng pít-tông áp suất không khí sao cho mẫu thử được đưa về trạng thái thả lỏng như Fig. 1 (b), trạng thái kéo dài của Fig. 1 (c), và sau đó là trạng thái thả lỏng của Fig. 1 (b). Lấy chu kỳ kéo dài-co lại này của Fig. 1(b) → Fig. 1(c) → Fig. 1(b) là một chu kỳ, độ bền mỏi được đánh giá bằng cách đo số chu kỳ và thời gian cần thiết để mẫu thử bị xé rách. Thiết bị được tạo kết cấu sao cho cảm biến quang điện phản ứng để dừng hoạt động khi mẫu thử bị rách.

Ví dụ thực hiện sáng chế

1. Phương pháp thực hiện

Sau đây sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn bằng các ví dụ.

Lượng (phần theo trọng lượng) của mỗi chất phụ gia dựa trên hàm lượng chất rắn và lượng (phần theo trọng lượng) của chất tạo liên kết ngang epoxy dựa trên tổng trọng lượng của chất tạo liên kết ngang.

Trong các ví dụ được mô tả bên dưới, các trường hợp màng đóng rắn hoặc găng tay được sản xuất như là sản phẩm đúc mà là sản phẩm đóng rắn của chế phẩm đúc nhúng được mô tả.

(1) Sản xuất các chế phẩm mũ tổng hợp có chứa nhóm carboxyl có chất đàn hồi cao su nitril

Chế phẩm mũ tổng hợp 1

Sau khi làm sạch bên trong nồi hấp chịu áp lực có máy khuấy bằng nitor, 69 phần 1,3-butadien, 27 phần acrylonitril và 4 phần axit metacrylic (tổng lượng monome này: 100 phần), cũng như 0,4 phần chất chuyển mạch (TDM: *t*-dodecylmercaptan), 150 phần nước, 2,5 phần chất nhũ hóa anion (SDBS: natri dodecylbenzenesulfonat), chất khử oxy (natri dithionite), 0,1 phần chất tạo chelat EDTA (CHELEST 400G, được sản xuất bởi Chelest Corporation), và chất điều chỉnh kích thước hạt (kali pyrophosphat) đã được

thêm vào nồi hấp cùng với 0,005 phần *p*-mentan hydroperoxit (PMHP) (PERMENTA H, do NOF Corporation sản xuất) và 0,02 phần natri formaldehyt sulfoxylat (SFS) làm chất khởi đầu quá trình polyme hóa oxy hóa khử, và 0,005 phần sunfat sắt. Các vật liệu này được phép phản ứng trong 20 giờ với khuấy trong khi nhiệt độ polyme hóa được duy trì ở 25 °C. Sau khi tỷ lệ chuyển đổi polyme hóa được xác nhận là 99%, phản ứng polyme hóa được kết thúc bằng việc bổ sung chất điều chỉnh độ pH và chất kết thúc quá trình polyme hóa. Các monome chưa phản ứng được loại bỏ khỏi chế phẩm mũ thu được từ đó dưới áp suất giảm, và độ pH và nồng độ của chế phẩm mũ sau đó được điều chỉnh bằng dung dịch amoniac trong nước để đạt được nồng độ chất rắn là 45% và độ pH là 8,3, sau đó là sự phân tán nước của sản phẩm phản ứng butyl hóa của *p*-cresol và dixyclopentadien (ví dụ: BOSTEX 362, do Akron Dispersion Inc. sản xuất) với lượng 0,5 phần trọng lượng về hàm lượng rắn được thêm vào như chất chống lão hóa trên 100 phần trọng lượng mũ, nhờ đó thu được chế phẩm mũ tổng hợp.

Chế phẩm mũ tổng hợp 2

Chế phẩm mũ tổng hợp thu được trong điều kiện sản xuất về cơ bản giống như chế phẩm mũ tổng hợp 1, ngoại trừ lượng 1,3-butadien, acrylonitril và axit metacrylic lần lượt là 73,5 phần, 22 phần và 4,5 phần (tổng lượng monome: 100 phần), và nhiệt độ polyme hóa là 45 °C.

Chế phẩm mũ tổng hợp 3

Sau khi làm sạch bên trong nồi hấp chịu áp lực có máy khuấy bằng nito, 69,5 phần 1,3-butadien, 25 phần acrylonitril và 5,5 phần axit metacrylic (tổng lượng monome này: 100 phần), cũng như 0,8 phần chất chuyển mạch (TDM: *t*-dodecylmercaptan), 150 phần nước, 2,5 phần chất nhũ hóa anion (SDBS: natri dodecylbenzenesulfonat), chất khử oxy (natri dithionit), 0,1 phần chất tạo chelat EDTA (CHELEST 400G, do Chelest Corporation sản xuất), và chất điều chỉnh kích thước hạt (kali pyrophosphat) đã được thêm vào nồi hấp cùng với 0,005 phần *p*-mentan hydroperoxit (PMHP) (PERMENTA H, do NOF Corporation sản xuất) và 0,02 phần natri formaldehyt sulfoxylat (SFS) làm chất khởi đầu quá trình polyme hóa oxy hóa khử, và 0,005 phần sunfat sắt. Các vật liệu này được phép phản ứng trong 20 giờ với khuấy trong khi nhiệt độ polyme hóa được duy trì ở 15 °C. Sau khi tỷ lệ chuyển đổi polyme hóa được xác nhận là 87%, phản ứng polyme hóa được kết thúc bằng việc bổ sung chất điều chỉnh độ pH và chất kết thúc quá

trình polyme hóa. Các monome chưa phản ứng được loại bỏ khỏi chế phẩm mủ cao su thu được từ đó dưới áp suất giảm, và độ pH và nồng độ của chế phẩm mủ sau đó được điều chỉnh bằng dung dịch amoniac trong nước để đạt được nồng độ rắn là 45% và độ pH là 8,3, sau khi sự phân tán nước của sản phẩm phản ứng butyl hóa của *p*-cresol và dixyclopentadien (ví dụ: BOSTEX 362, do Akron Dispersion Inc. sản xuất) với lượng 0,5 phần trọng lượng về hàm lượng rắn được thêm vào như một chất chống lão hóa trên 100 phần trọng lượng của mủ, nhờ đó thu được chế phẩm mủ tổng hợp.

Chế phẩm mủ tổng hợp 4

Chế phẩm mủ thu được trong cùng điều kiện sản xuất sử dụng công thức tương tự như chế phẩm mủ tổng hợp 1, ngoại trừ lượng chất chuyển mạch là 0,7 phần và tỷ lệ chuyển đổi polyme hóa là 96%.

Chế phẩm mủ tổng hợp 5

Chế phẩm mủ thu được trong điều kiện sản xuất về cơ bản giống bằng cách sử dụng công thức tương tự như chế phẩm mủ tổng hợp 1, ngoại trừ lượng chất chuyển mạch là 0,5 phần và tỷ lệ chuyển đổi polyme hóa là 98%.

Chế phẩm mủ tổng hợp 6

Chế phẩm mủ thu được trong điều kiện sản xuất về cơ bản giống như chế phẩm mủ tổng hợp 1, ngoại trừ lượng axit metacrylic và 1,3-butadien lần lượt thay đổi thành 3 phần và 70 phần.

Chế phẩm mủ tổng hợp 7

Chế phẩm mủ thu được trong điều kiện sản xuất về cơ bản giống như chế phẩm mủ tổng hợp 1, ngoại trừ lượng axit metacrylic và lượng 1,3-butadien lần lượt thay đổi thành 6,5 phần và 66,5 phần.

Chế phẩm mủ tổng hợp 8

Chế phẩm mủ thu được trong điều kiện sản xuất về cơ bản giống như chế phẩm mủ tổng hợp 1, ngoại trừ lượng acrylonitril và lượng 1,3-butadien lần lượt được thay đổi thành 22 phần và 74 phần.

Chế phẩm mủ tổng hợp 9

Chế phẩm mủ thu được trong điều kiện sản xuất về cơ bản giống như chế phẩm mủ tổng hợp 1, ngoại trừ lượng acrylonitril và 1,3-butadien lần lượt được thay đổi thành 25 phần và 71 phần.

Các đặc tính của chất đàn hồi được sử dụng trong các thí nghiệm hiện tại được trình bày trong bảng 1 dưới đây.

Bảng 1

Chế phẩm mũ tổng hợp	Công thức (% trọng lượng)			Các điều kiện polyme hóa					Các đặc tính		
	Butadien	Acrylonitril	Axit metacrylic	Chất chuyển mạch	Nhiệt độ polyme hóa	Thời gian polyme hóa	Tỷ lệ chuyển đổi polyme hóa	Lượng Không hòa tan trong MEK	Tỷ lệ trương nở MEK	Độ nhớt Mooney	
Chế phẩm 1	69,0	27,0	4,0	0,4	25	20	99	68,0	27	MS113	
Chế phẩm 2	73,5	22,0	4,5	0,4	45	20	99	71,0	-	-	
Chế phẩm 3	69,5	25,0	5,5	0,8	15	20	87	30,0	-	-	
Chế phẩm 4	69,0	27,0	4,0	0,7	25	20	96	38,5	-	-	
Chế phẩm 5	69,0	27,0	4,0	0,5	25	20	98	59,1	-	-	
Chế phẩm 6	70,0	27,0	3,0	0,4	25	20	99	65,3	-	-	
Chế phẩm 7	66,5	27,0	6,5	0,4	25	20	99	58,4	-	-	
Chế phẩm 8	74,0	22,0	4,0	0,4	25	20	99	67,0	37	ML103	
Chế phẩm 9	71,0	25,0	4,0	0,4	25	20	99	70,0	36	ML107	
8503S	69,9	26,7	3,4	-	-	-	-	35,0	60	121	
NL105	69,8	26,9	3,3	-	-	-	-	2,0	124	75	
LX550LA	-	-	-	-	-	-	-	1,8	122	139	

• Các chế phẩm mũ tổng hợp từ 1 đến 9 trong bảng 1 đều là XNBR.

• Hiện thị bên dưới các chế phẩm mũ tổng hợp từ 1 đến 9 là dữ liệu của các sản phẩm thương mại có sẵn trên thị trường để tham khảo: 8503S được sản xuất bởi Bangkok Synthetic Co., Ltd.; NL105 được sản xuất bởi LG Chem, Ltd.; và LX550LA được sản xuất bởi Zeon Corporation.

Các đặc tính của chất đàn hồi được sử dụng trong các thí nghiệm này được xác định như sau.

Tỷ lệ trương nở MEK và hàm lượng không hòa tan trong MEK

Tỷ lệ trương nở MEK và hàm lượng không hòa tan trong MEK được xác định như sau. Khoảng 0,2 g mẫu khô của mỗi chế phẩm mẫu tổng hợp được cân chính xác để xác định trọng lượng trước khi ngâm của mẫu khô chế phẩm mẫu tổng hợp (W1). Mẫu khô này được đặt trong giỏ mắt lưới 80 làm bằng kim loại và ở trạng thái này, toàn bộ giỏ được nhúng vào 80 mL MEK trong cốc 100 mL. Sau đó, cốc có mỏ được niêm phong bằng parafilm và để yên trong 24 giờ ở nhiệt độ phòng. Sau đó, giỏ lưới được lấy ra khỏi cốc, trọng lượng của nó được đo và trọng lượng của chế phẩm mẫu tổng hợp trương nở (W2) được xác định bằng cách trừ đi trọng lượng của giỏ. Sau đó, giỏ lưới được treo vào giàn phơi và sấy khô trong 1 giờ. Sau khi sấy chân không giỏ lưới này ở 105 °C trong 1 giờ, trọng lượng của nó được đo và trọng lượng sau khi ngâm của mẫu khô chế phẩm mẫu tổng hợp (W3) được xác định bằng cách trừ đi trọng lượng của giỏ.

Tỷ lệ trương nở MEK được tính theo công thức sau:

$$\text{Tỷ lệ trương nở MEK (đơn vị: phần)} = (W2 \text{ (g)}/W3 \text{ (g)})$$

Hơn nữa, hàm lượng không hòa tan trong MEK được tính theo công thức sau:

$$\text{Hàm lượng không hòa tan trong MEK (đơn vị: \% trọng lượng)} = (W3 \text{ (g)}/W1 \text{ (g)}) \times 100$$

Mẫu khô chế phẩm mẫu tổng hợp được chuẩn bị như sau. Tức là, trong một chai 500 mL, mẫu quan tâm được khuấy trong 30 phút với tốc độ quay 500 vòng/phút, và 14 g mẫu sau đó được cân trên thùng thép không gỉ 180 mm x 115 mm và được làm khô 5 ngày ở nhiệt độ 23 °C ± 2 °C và độ ẩm 50 ± 10 RH% để chuẩn bị màng đúc, sau đó màng đúc này được cắt thành hình vuông 5 mm để thu được chế phẩm mẫu tổng hợp mẫu khô.

(2) Chất tạo liên kết ngang

Chất tạo liên kết ngang epoxy

Trong ví dụ, "DENACOL EX-321" (tên thương mại) do Nagase ChemteX Corporation sản xuất được sử dụng làm chất tạo liên kết ngang epoxy và các đặc tính vật lý của nó như sau.

Đương lượng epoxy: 140 g/eq.

Số nhóm epoxy trung bình: 2,7

Tỷ lệ phân phối MIBK/nước: 87%

Lượng hoạt chất: 27%

Đương lượng epoxy là giá trị danh mục và số nhóm epoxy trung bình là giá trị phân tích.

Tỷ lệ phân phối MIBK/nước được xác định theo phương pháp được mô tả ở trên trong phần các phương án của sáng chế

Trong các ví dụ đó mà chất tạo liên kết ngang epoxy được sử dụng, chất tạo liên kết ngang epoxy đã được thêm vào sau khi được trộn với cùng một lượng dietylen glycol.

Chất tạo liên kết ngang kim loại

Như một chất tạo liên kết ngang kim loại, kẽm oxit đã được sử dụng. Kẽm oxit này được sử dụng trong các ví dụ là "CZnO-50" (tên thương mại) được sản xuất bởi Farben Technique (M) Sdn Bhd.

(3) Sản xuất và đánh giá các sản phẩm đúc

Sản xuất các sản phẩm đúc (găng tay) của thử nghiệm 1 đến 3 và 5

Khuôn tạo hình găng tay nhúng bằng sứ, đã được rửa sạch và gia nhiệt được nhúng vào chất đông tụ bao gồm dung dịch nước hỗn hợp có 14% trọng lượng là canxi nitrit và 1,5% trọng lượng canxi stearat, và sau đó được làm khô trong 3 phút ở điều kiện khuôn tạo hình găng tay có nhiệt độ bề mặt là 70 °C, do đó kết dính chất đông tụ ở đó.

Sau đó, dựa trên bảng 2, đối với mỗi chế phẩm mẫu tổng hợp thu được ở trên, chất tạo liên kết ngang epoxy và kẽm oxit được thêm vào làm chất tạo liên kết ngang trong thử nghiệm 1 đến 3, và chất tạo liên kết ngang lưu huỳnh và kẽm oxit được thêm vào trong thử nghiệm 5. Hơn nữa, titan oxit được thêm vào như một chất màu trong tất cả các thử nghiệm 1 đến 3 và 5, và mỗi kết quả được đồng nhất bằng cách khuấy và điều chỉnh để có độ pH bằng 10,0 bằng KOH.

Tiếp theo, sau khi nhúng khuôn tạo hình găng tay trong chế phẩm đúc nhúng thu được như vậy trong 30 giây trở lên, 60 giây trở xuống, khuôn tạo hình găng tay được lấy ra và gia nhiệt ở 80 °C trong 1 phút để tạo ra sự keo hóa của màng tạo thành trên khuôn tạo hình găng tay. Khuôn tạo hình găng tay nhiều lớp màng này được ngâm trong nước nóng từ 60 °C trở lên, 70 °C trở xuống trong 3 phút để thực hiện xử lý rửa trôi, sau đó khuôn tạo hình găng tay được để yên trong lò thử nghiệm, được gia nhiệt ở 70 °C trong 5 phút, và sau đó gia nhiệt thêm ở 130 °C trong 20 phút mà không cần đưa ra khỏi lò.

Khuôn tạo hình găng tay được làm nguội cho đến khi nhiệt độ bề mặt của nó giảm xuống 40 °C, và sau đó được ngâm trong 40 giây trong bể ngâm khử trùng bằng clo được điều chỉnh để có nồng độ clo hoạt tính là 900 vòng/phút (ppm) trở lên, 1000 ppm trở xuống với natri hypoclorit và axit clohydric. Khuôn tạo hình găng tay này được rửa sạch bằng nước, sau đó bằng dung dịch nước natri sulfat 0,4%, và một lần nữa bằng nước, sau đó sấy khô ở 100 °C trong 5 phút. Khuôn tạo hình găng tay được làm nguội đủ ở nhiệt độ phòng, và màng sau đó được lấy ra khỏi khuôn tạo hình găng tay. Màng được chuẩn bị như vậy đã được điều hòa độ ẩm 24 giờ ở nhiệt độ 25 °C và độ ẩm 55% RH, và các đặc tính được mô tả dưới đây đã được đánh giá. Kết quả đánh giá được thể hiện trong bảng 2. Ở đây lưu ý rằng, trong bảng 2, "PMHP" là *p*-mentan hydroperoxit, và "SFS" là natri formaldehyt sulfoxylat.

Sản xuất sản phẩm đúc (màng) của thử nghiệm 4

Đĩa nhúng bằng sứ, đã được rửa sạch và đun nóng, được nhúng vào chất đông tụ chứa dung dịch nước hỗn hợp có 20% trọng lượng là canxi nitrit và 1,0% trọng lượng natri stearat, và sau đó được làm khô cho đến khi đĩa ngâm có nhiệt độ bề mặt là 60 °C, nhờ đó kết dính chất đông tụ ở đó.

Sau đó, với mẫu tương ứng được thể hiện trong bảng 1, chất tạo liên kết ngang epoxy và/hoặc kẽm oxit đã được/được thêm vào như (các) chất tạo liên kết ngang với lượng khác nhau, và mỗi kết quả thu được được đồng nhất bằng cách khuấy và điều chỉnh để có độ pH là 10,0 bằng KOH trong tất cả các thử nghiệm.

Tiếp theo, sau khi ngâm đĩa ngâm vào chế phẩm đúc nhúng thu được từ 10 giây trở lên, 15 giây trở xuống, đĩa ngâm được lấy ra và gia nhiệt ở 50 °C trong 2 phút để tạo ra sự tạo keo của màng thu được trên đĩa ngâm. Đĩa ngâm nhiều lớp màng này được ngâm trong nước nóng 50 °C trong 2 phút để thực hiện xử lý rửa trôi, sau đó đĩa ngâm được làm nóng ở 70 °C trong 5 phút trong lò thử nghiệm và sau đó tiếp tục gia nhiệt ở 130 °C trong 30 phút.

Đĩa ngâm đã được làm nguội đủ ở nhiệt độ phòng, và sau đó màng được lấy ra khỏi đĩa ngâm. Sau khi để màng đã chuẩn bị thu được ở nhiệt độ phòng trong một tuần, màng được điều hòa độ ẩm ở độ ẩm từ 50 đến 60% RH trong ít nhất 12 giờ, và các đặc tính của màng này đã được đánh giá.

Đánh giá sản phẩm đúc

Tỷ lệ duy trì ứng suất

Tỷ lệ duy trì ứng suất được đo theo phương pháp được mô tả ở trên

Độ bền kéo, độ cứng, tỷ lệ giãn dài

Độ bền kéo, độ cứng và tỉ lệ kéo dài được đo theo phương pháp được mô tả ở trên.

Độ bền mỏi

Mỗi sản phẩm đúc được ngâm trong dung dịch mồ hôi nhân tạo (chứa 20 g natri clorua, 17,5 g amoni clorua, 17,05 g axit lactic và 5,01 g axit axetic trong 1 lít, và độ pH đã được điều chỉnh thành 4,7 bằng dung dịch natri hydroxit trong nước, và độ bền mỏi được đánh giá theo phương pháp được mô tả ở trên.

Thử nghiệm A

Tất cả các thử nghiệm 1 đến 3 và 5 là gắng tay được sản xuất ở trên theo cách sản xuất các sản phẩm đúc (gắng tay) của thử nghiệm 1 đến 3 và 5.

Trong các thử nghiệm từ 1 đến 3, chế phẩm mẫu tổng hợp 1 hoặc 2 có hàm lượng không hòa tan trong MEK là 68% trọng lượng hoặc 71% trọng lượng đã được sử dụng và 1% trọng lượng hoặc 2% trọng lượng chất tạo liên kết ngang epoxy và 0,3% trọng

lượng hoặc 0,5% trọng lượng kẽm oxit đã được liên kết ngang tại đó. Ngược lại, trong thử nghiệm 4, chế phẩm mẫu tổng hợp 3 có hàm lượng không hòa tan trong MEK là 30% trọng lượng được sử dụng, và 1% trọng lượng chất tạo liên kết ngang epoxy và 0,5% trọng lượng kẽm oxit đã được liên kết ngang tại đó. Trong thử nghiệm 5, chế phẩm mẫu tổng hợp 1 có hàm lượng không hòa tan trong MEK là 68% trọng lượng được lưu hóa bằng lưu huỳnh và tạo liên kết ngang với kẽm.

Kết quả đo gắng tay được thể hiện trong bảng 2.

Bảng 2

		Thử nghiệm 1	Thử nghiệm 2	Thử nghiệm 3	Thử nghiệm 4	Thử nghiệm 5
		Ví dụ	Ví dụ	Ví dụ	Ví dụ so sánh	Ví dụ so sánh
Chế phẩm mũ tổng hợp	Chế phẩm mũ tổng hợp	1	1	2	3	1
	Butadien	69,0	69,0	73,5	69,5	69,0
	Công thức (% trọng lượng)	27,0	27,0	22,0	25,0	27,0
	Acrylonitril					
	Axit metacrylic	4,0	4,0	4,5	5,5	4,0
	Tỷ lệ chuyển đổi polyme hóa (%)	99	99	99	87	99
	Chất chuyển mạch (phần)	0,4	0,4	0,4	0,8	0,4
	Hàm lượng không hòa tan trong MEK (% trọng lượng)	68,0	68,0	71,0	30,0	68,0
	Độ nhớt Mooney	MS113	MS113	-	-	MS113
	Mũ	100	100	100	100	100
Chế phẩm đúc nhúng	Chất tạo liên kết ngang epoxy (EX-321)	1,0	2,0	2,0	1,0	-
	Dietylen glycol	1,0	2,0	2,0	1,0	-
	Lưu huỳnh	-	-	-	-	1,0
	Máy gia tốc lưu hóa (ZDEC)	-	-	-	-	0,5
	Kẽm oxit	0,3	0,5	0,5	0,5	0,7
	Titan oxit	1,5	1,0	1,0	1,5	1,5

	pH	10,0	10,0	10,0	10,0	9,8	10,0
	Độ dày (mm)	0,060	0,060	0,065	0,054		0,058
	Độ cứng 100% (MPa)	1,62	1,90	1,23	1,98		1,61
	độ cứng 300% (MPa)	2,68	3,22	2,21	3,82		2,95
	độ cứng 500% (MPa)	6,48	7,92	6,12	12,49		7,97
	Tỷ lệ giãn dài (%)	615	598	578	559		590
	Độ bền kéo (MPa)	23,44	23,67	20,83	24,70		21,89
	FAB (N)	5,71	6,13	5,46	6,14		6,00
	Tỷ lệ duy trì ứng suất (%)	61,6	63,4	64,2	43,0		51,6
	Độ bền môi (phút)	268	345	310	280		112
Tính chất vật lý của sản phẩm đúc	• ZDEC: kẽm dietylthiocarbamat • Điều kiện đóng rắn: ở 130 °C trong 20 phút • Các sản phẩm đúc từ thử nghiệm 1 đến thử nghiệm 4 là găng tay.						

Từ kết quả thể hiện trong bảng 2, những điều sau đây đã được tìm thấy.

Nhận thấy rằng găng tay của thử nghiệm 1 đến 3 có tỷ lệ duy trì ứng suất cao hơn 60% và độ cứng 500% từ 6 đến 7 MPa, do đó dẻo và giàu tính đàn hồi cao su. Ngoài ra, găng tay này có độ giãn dài, độ bền kéo và độ bền mài tốt. Tỷ lệ duy trì ứng suất cao được cho là do hàm lượng không hòa tan trong MEK cao của các chế phẩm mủ tổng hợp tương ứng và liên kết ngang với chất tạo liên kết ngang epoxy.

Hơn nữa, những găng tay này dẻo và có độ giãn dài tốt vì chất tạo liên kết ngang epoxy có mức độ làm cứng găng tay thấp và giảm độ giãn dài của găng tay. Hơn nữa, độ bền kéo được duy trì bằng liên kết ngang với kẽm, và độ bền mài được cung cấp bởi chất tạo liên kết ngang epoxy.

So với thử nghiệm 1 đến 3, găng tay của thử nghiệm 4 cứng hơn với tỷ lệ duy trì ứng suất thấp hơn nhiều và độ cứng 500% là 12,49 MPa, và các tính chất vật lý của nó tương tự như găng tay XNBR thông thường. Điều này là do chế phẩm mủ tổng hợp có hàm lượng không hòa tan trong MEK là 30%. Trong găng tay của thử nghiệm 5 thu được bằng cách thực hiện lưu hóa lưu huỳnh thông thường và tạo liên kết ngang kẽm oxit trên chế phẩm mủ tổng hợp có hàm lượng không hòa tan trong MEK cao, đặc biệt tỷ lệ duy trì ứng suất đã giảm ít nhất khoảng 10% so với thử nghiệm 1 đến 3, và độ bền mài cũng bị giảm sút. Đây là kết quả của việc thay đổi liên kết ngang epoxy thành liên kết ngang lưu huỳnh.

Thử nghiệm B

Đặc điểm kỹ thuật quan trọng nhất của sáng chế là hàm lượng không hòa tan trong MEK được đặt ở mức 60 đến 80%.

Trong thí nghiệm B này, cùng một công thức mủ được sử dụng và chất tạo liên kết ngang được thêm vào theo cách tương tự như trong thử nghiệm 1 trong khi thay đổi lượng chất chuyển mạch và phương pháp polyme hóa, và nó đã được kiểm tra xem tính chất vật lý của màng như thế nào được sửa đổi bằng cách thay đổi hàm lượng không hòa tan trong MEK, sử dụng chế phẩm cao su tổng hợp có hàm lượng không hòa tan trong MEK là 38,5% trong thử nghiệm 6 hoặc 59,1% trong thử nghiệm 7 so với chế phẩm mủ tổng hợp có hàm lượng không hòa tan trong MEK là 68%.

Ở đây cần lưu ý rằng rất khó để sản xuất màng từ chế phẩm mủ tổng hợp có hàm lượng không hòa tan trong MEK cao hơn 80%.

Bảng 3

		Thử nghiệm 6	Thử nghiệm 7	Thử nghiệm 1
		Ví dụ so sánh	Ví dụ so sánh	Ví dụ
Chế phẩm mủ tổng hợp	Chế phẩm mủ tổng hợp	4	5	1
	Loại chất khởi đầu được sử dụng trong sản xuất mủ	PMHP+SFS	PMHP+SFS	PMHP+SFS
	Nhiệt độ polyme hóa (°C)	25	25	25
	Thời gian polyme hóa (giờ)	20	20	20
	Tỷ lệ chuyển đổi polyme hóa (%)	96	98	99
	Chất chuyển mạch (phần)	0,7	0,5	0,4
	Hàm lượng không hòa tan trong MEK (% trọng lượng)	38,5	59,1	68,0
	Độ nhớt Mooney	-	-	MS113
Độ pH		10,0	10,0	10,0
Đặc tính nội tại	Độ cứng 500% (MPa)	-	-	6,49
	Tỷ lệ giãn dài (%)	-	-	679
	Độ bền kéo (MPa)	-	-	18,8
	Tỷ lệ duy trì ứng suất (%)	-	-	58,9
Chất tạo liên kết ngang	Epoxy (phần trọng lượng)	1,0	1,0	1,0
	Kẽm oxit (phần trọng lượng)	0,3	0,3	0,3
Tính chất vật lý của sản phẩm đúc	Độ dày (mm)	0,059	0,063	0,060
	Độ cứng 500% (MPa)	6,98	5,78	6,48
	Tỷ lệ kéo dài (%)	623	625	615
	Độ bền kéo (MPa)	25,30	24,45	23,44
	Tỷ lệ duy trì ứng suất (%)	47,8	58,5	61,6
	Độ bền mỏi (phút)	250	277	268
• Điều kiện đóng rắn: ở 130 °C trong 30 phút (màng), ở 130 °C trong 20 phút (găng tay) • Các tính chất vật lý của mỗi sản phẩm đúc là của găng tay, và các đặc tính nội tại là của màng. Các đặc tính nội tại được trình bày trong bảng trên là các đặc tính vật lý của mỗi sản phẩm đúc chỉ được liên kết ngang với canxi có nguồn gốc từ chất đông tụ khi không có chất tạo liên kết ngang.				

Theo bảng 3, tỷ lệ duy trì ứng suất được cải thiện đáng kể khi hàm lượng không hòa tan trong MEK vượt quá khoảng 60%, trong khi tỷ lệ duy trì ứng suất của sản phẩm đúc thấp ở mức 47,8% khi hàm lượng không hòa tan trong MEK là 38,5% bởi trọng lượng trong thử nghiệm 6, tỷ lệ duy trì ứng suất là 58,5% khi hàm lượng không hòa tan trong MEK là 59,1% trọng lượng trong thử nghiệm 7 và tỷ lệ duy trì ứng suất là 61,6% khi hàm lượng không hòa tan trong MEK là 68,0% trọng lượng trong thử nghiệm 1.

Thử nghiệm C

Đặc điểm kỹ thuật quan trọng thứ hai của sáng chế là hàm lượng axit carboxylic từ 3,5% trọng lượng trở lên, 6% trọng lượng trở xuống.

Trong thử nghiệm 1, găng tay dẻo có tỷ lệ duy trì ứng suất cao được sản xuất bằng cách sử dụng chế phẩm mủ tổng hợp 1 có chứa 4,0% trọng lượng là axit metacrylic và thực hiện liên kết ngang epoxy và liên kết ngang kẽm.

Trong thử nghiệm C này, sử dụng các chế phẩm mủ tổng hợp 6 và 7 chứa lần lượt là 3,0% trọng lượng và 6,5% trọng lượng là axit metacrylic trong các điều kiện về cơ bản giống như trong thử nghiệm 1, người ta đã kiểm tra xem các đặc tính của màng đã được thay đổi như thế nào bằng cách thay đổi lượng axit metacrylic.

Bảng 4

		Thử nghiệm 8	Thử nghiệm 1	Thử nghiệm 9
		Ví dụ so sánh	Ví dụ	Ví dụ so sánh
Chế phẩm mủ tổng hợp	Chế phẩm mủ tổng hợp	6	1	7
	Công thức (% trọng lượng)	Butadien	70,0	69,0
		Acrylonitril	27,0	27,0
		Axit metacrylic	3,0	4,0
	Hàm lượng không hòa tan trong MEK (% trọng lượng)	65,3	68	58,4
	Độ nhớt Mooney	-	MS113	-
pH		10,2	10,0	10,0
Đặc tính nội tại	Độ cứng 500% (MPa)	-	6,49	-
	Tỷ lệ giãn dài (%)	-	679	-
	Độ bền kéo (MPa)	-	18,8	-
	Tỷ lệ duy trì ứng suất (%)	-	58,9	-
Chất tạo liên kết ngang	Epoxy (phần theo trọng lượng)	1,0	1,0	1,0
	Kẽm oxit (phần theo trọng lượng)	0,5	0,3	0,5
Độ dày (mm)		0,060	0,060	0,059

Đặc tính vật lý của sản phẩm đúc	Độ cứng 500% (MPa)	3,97	6,48	13,97
	Tỷ lệ giãn dài (%)	676	615	554
	Độ bền kéo (MPa)	13,50	23,44	31,50
	Tỷ lệ duy trì ứng suất (%)	61,2	61,6	46,6
	Độ bền mỏi (phút)	156	268	290
• Điều kiện đông rắn: ở 130 °C trong 30 phút (màng), ở 130 °C trong 20 phút (găng tay) • Các sản phẩm đúc trong thử nghiệm 1, 8 và 9 là găng tay, và các đặc tính nội tại là của màng. Trong thử nghiệm 8 và 9, kẽm oxit được sử dụng với lượng lớn hơn một chút là 0,5 phần trọng lượng. Các đặc tính nội tại được trình bày trong bảng trên là các đặc tính vật lý của mỗi sản phẩm đúc chỉ được liên kết ngang với canxi có nguồn gốc từ chất đông tụ khi không có chất tạo liên kết ngang.				

Theo bảng 4, trong thử nghiệm 8 (lượng axit metacrylic = 3% trọng lượng), độ cứng 500%, tỷ lệ giãn dài và tỷ lệ duy trì ứng suất là thuận lợi; tuy nhiên, độ bền kéo và độ bền mỏi kém. Mặt khác, trong thử nghiệm 9 (lượng axit metacrylic = 6,5% trọng lượng), độ cứng 500%, tỷ lệ kéo dài và tỷ lệ duy trì ứng suất kém; tuy nhiên, độ bền kéo cao. Dựa trên những kết quả này, người ta tin rằng lượng axit metacrylic tốt nhất là từ 3,5% trọng lượng đến 6% trọng lượng, tốt hơn là từ 3,5% trọng lượng đến 5% trọng lượng. Ngoài ra, người ta thấy rằng sự gia tăng lượng axit metacrylic làm giảm độ cứng 500% và tỷ lệ giãn dài, và một lượng nhỏ axit metacrylic được ưu tiên hơn để duy trì độ dẻo và độ giãn dài. Trong các XNBR, axit carboxylic là một nguyên tố quan trọng, và cần phải xem xét, ví dụ, cung cấp đủ lượng axit carboxylic nhúng cho liên kết ngang epoxy bên trong hạt cũng như đủ kẽm liên kết ngang giữa các hạt trong khi không cho phép liên kết ngang quá nhiều với canxi.

Thử nghiệm D

Theo phương án này, lượng acrylonitril trong XNBR được đặt trong khoảng từ 20 đến 30% trọng lượng. Thông thường, XNBR có chứa từ 25 đến 30% trọng lượng acrylonitril được gọi là "XNBR nitril trung bình", và hàm lượng acrylonitril trong găng tay XNBR phổ biến nhất là 27%.

Trong thử nghiệm 1, hàm lượng acrylonitril được đặt ở mức 27%.

Trong găng tay XNBR, acrylonitril là yếu tố quan trọng vì phân cực của nhóm nitril của nó ($-C = N$) duy trì độ bền kéo và tăng khả năng chống dầu. Theo đó, các XNBR có nitril trung bình đã được sử dụng trong găng tay XNBR. Mặt khác, do hàm lượng nitril thấp từ 20 đến 24% dẫn đến độ bền kéo thấp và khả năng chống dầu kém,

nên hiện nay hầu như không có sản phẩm găng tay XNBR nào có hàm lượng nitril thấp như vậy được thực hiện. Tuy nhiên, giảm lượng acrylonitril dẫn đến tăng độ dẻo; do đó, thử nghiệm D này được tiến hành với các lượng acrylonitril khác nhau ở 27% trọng lượng, 25% trọng lượng và 22% trọng lượng theo cách để tăng độ dẻo của mũ.

Hơn nữa, trong thử nghiệm D này, lượng chất tạo liên kết ngang epoxy và lượng kẽm oxit đã được thay đổi, và hiệu suất của các sản phẩm đúc thu được cũng được đánh giá.

Bảng 5

Các ví dụ thực nghiệm về chế phẩm mũ tổng hợp 1 (lượng acrylonitril: 27% trọng lượng)

	Thử nghiệm 10		Thử nghiệm 11		Thử nghiệm 12		Thử nghiệm 13		Thử nghiệm 14		Thử nghiệm 15		Thử nghiệm 16	
	Ví dụ		Ví dụ		Ví dụ		Ví dụ		Ví dụ		Ví dụ		Ví dụ	
Chế phẩm mũ tổng hợp	Chế phẩm mũ tổng hợp		1		1		1		1		1		1	
	Công thức (% trọng lượng)	Butadien	69		69		69		69		69		69	
		Acrylonitril	27		27		27		27		27		27	
		Axit metacrylic	1		1		1		1		1		1	
		Hàm lượng không hòa tan trong MEK (% trọng lượng)	68		68		68		68		68		68	
pH	Độ nhớt Mooney		MS113		MS113		MS113		MS113		MS113		MS113	
			10,0		10,0		10,0		10,0		10,0		10,0	
Chất tạo liên kết ngang	Epoxy (EX-321) (phần trọng lượng)		0,3		1,0		0,5		0,5		1,0		1,0	
	Kẽm oxit (phần trọng lượng)		0,0		0,0		0,3		0,5		0,3		0,5	
	Độ dày (mm)		0,085		0,086		0,080		0,085		0,082		0,087	
Các đặc tính vật lý của sản phẩm đúc	Độ cứng 100% (MPa)		1,74		1,84		2,05		2,31		2,11		2,38	
	Độ cứng 300% (MPa)		2,99		3,31		4,11		4,79		4,14		5,24	
	Độ cứng 500% (MPa)		6,31		7,32		10,57		12,89		10,49		14,76	

Tỷ lệ giãn dài (%)	666	634	565	634	617	626	554
Độ bền kéo (MPa)	17,6	16,8	17,1	24,3	32,3	28,3	22,3
Tỷ lệ duy trì ứng suất (%)	60,7	61,9	65,2	58,1	56,2	60,4	58,2
Độ bền mỏi (phút)	>240	>240	>240	>240	>240	>240	>240
• Điều kiện đóng rắn: ở 130 °C trong 30 phút • Thử nghiệm 10 đến 16 là màng.							

Bảng 5-2

Các ví dụ thử nghiệm về chế phẩm mù tổng hợp 9 (lượng acrylonitril: 25% trọng lượng)

		Thử nghiệm 17	Thử nghiệm 18	Thử nghiệm 19	Thử nghiệm 20	Thử nghiệm 21	Thử nghiệm 22	Thử nghiệm 23
		Ví dụ	Ví dụ	Ví dụ	Ví dụ	Ví dụ	Ví dụ	Ví dụ
Chế phẩm mù tổng hợp	Chế phẩm mù tổng hợp	9	9	9	9	9	9	9
	Công thức (% trọng lượng)	71	71	71	71	71	71	71
		25	25	25	25	25	25	25
		4	4	4	4	4	4	4
	Hàm lượng không hòa tan trong MEK (% trọng lượng)	69,3	69,3	69,3	69,3	69,3	69,3	69,3
Độ nhớt Mooney		ML107	ML107	ML107	ML107	ML107	ML107	ML107
pH		10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
Chất tạo liên kết ngang	Epoxy (EX-321) (phần trọng lượng)	0,3	0,5	1,0	0,5	0,5	1,0	1,0
	Kẽm oxit (phần trọng lượng)	0,0	0,0	0,0	0,3	0,5	0,3	0,5
	Độ dày (mm)	0,089	0,088	0,088	0,085	0,088	0,086	0,083
Các đặc tính vật lý của sản phẩm đúc	Độ cứng 100% (MPa)	1,48	1,53	1,68	1,71	1,84	1,78	2,23
	Độ cứng 300% (MPa)	2,77	2,97	2,95	2,86	3,27	3,26	4,74
	Độ cứng 500% (MPa)	5,97	6,66	6,47	5,87	7,20	7,55	13,52
	Tỷ lệ giãn dài (%)	668	645	637	676	653	630	580

Độ bền kéo (MPa)		17,1	17,3	17,0	18,1	21,2	19,9	25,3
Tỷ lệ duy trì ứng suất (%)		62,2	63,8	67,8	61,1	58,4	64,4	58,6
Độ bền mỏi (phút)		>240	>240	>240	>240	>240	>240	>240
• Điều kiện đóng rắn: ở 130 °C trong 30 phút • Thử nghiệm 17 đến 23 là màng.								

Bảng 5-3

Ví dụ thực nghiệm về chế phẩm mũ tổng hợp 8 (lượng acrylonitril: 22% trọng lượng)

		Thử nghiệm 24	Thử nghiệm 25	Thử nghiệm 26	Thử nghiệm 27	Thử nghiệm 28	Thử nghiệm 29	Thử nghiệm 30
		Example	Example	Example	Example	Example	Example	Example
Chế phẩm mũ tổng hợp	Chế phẩm mũ tổng hợp	8	8	8	8	8	8	8
	Butadien	74	74	74	74	74	74	74
	Công thức (% trọng lượng)	22	22	22	22	22	22	22
	Acrylonitril	4	4	4	4	4	4	4
	Axit metacrylic							
Độ pH	Hàm lượng không hòa tan trong MEK (% trọng lượng)		67,1	67,1	67,1	67,1	67,1	67,1
	Độ nhớt Mooney		ML103	ML103	ML103	ML103	ML103	ML103
		10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
Chất tạo liên kết ngang	Epoxy (EX-321) (phần trọng lượng)	0,3	0,5	1,0	0,5	0,5	1,0	1,0
	Kẽm oxit (phần trọng lượng)	0,0	0,0	0,0	0,3	0,5	0,3	0,5
	Độ dày (mm)	0,084	0,081	0,076	0,087	0,09	0,085	0,087

Các đặc tính vật lý của sản phẩm đúc	Độ cứng 100% (MPa)	1,63	1,46	1,80	1,50	1,60	1,58	1,69
	Độ cứng 300% (MPa)	2,75	2,79	3,41	2,94	3,29	3,38	3,66
	Độ cứng 500% (MPa)	5,74	6,13	8,29	6,64	7,87	8,71	9,44
	Tỷ lệ giãn dài (%)	666	655	591	634	628	600	599
	Độ bền kéo (MPa)	14,6	16,1	15,9	15,7	19,5	18,9	19,8
	Tỷ lệ duy trì ứng suất (%)	61,7	64,5	66,9	60,7	59	63,8	60,2
	Độ bền mỏi (phút)	>240	>240	>240	>240	>240	>240	>240
	• Điều kiện đóng rắn: ở 130 °C trong 30 phút • Thử nghiệm 24 đến 30 là màng.							

Đầu tiên, nhìn vào các chế phẩm mẫu tổng hợp 1, 8 và 9 trong đó lượng acrylonitril lần lượt là 27% trọng lượng, 25% trọng lượng và 22% trọng lượng, tất cả các chế phẩm này có đủ độ dẻo so với găng tay XNBR thông thường. Đặc biệt, độ dẻo cao nhất khi lượng acrylonitril là 22% trọng lượng. Tỷ lệ duy trì ứng suất cũng thuận lợi vào khoảng 60%.

Hơn nữa, xem xét những trường hợp chỉ sử dụng chất tạo liên kết ngang epoxy với các lượng khác nhau như 0,3% trọng lượng, 0,5% trọng lượng và 1,0% trọng lượng, lượng lớn chất tạo liên kết ngang epoxy dẫn đến tỷ lệ duy trì ứng suất cao hơn. Mặt khác, độ dẻo và độ giãn dài bị giảm.

Hơn nữa, tỷ lệ duy trì ứng suất tốt được duy trì bằng sự kết hợp của chất tạo liên kết ngang epoxy và kẽm oxit. Độ dẻo cũng rất tốt so với găng tay thông thường; tuy nhiên, người ta quan sát thấy rằng sự gia tăng lượng kẽm có xu hướng làm giảm độ dẻo và độ giãn dài. Khi xem xét điều này, người ta tin rằng một lượng từ 0,2 đến 0,7 phần trọng lượng là thích hợp cho kẽm oxit được thêm vào. Người ta tin rằng một lượng thích hợp của chất tạo liên kết ngang epoxy là khoảng 0,2 đến 2,0 phần trọng lượng và tỷ lệ duy trì ứng suất sẽ vượt quá 70% nếu chất tạo liên kết ngang epoxy được thêm vào với lượng lớn hơn 1,0 phần trọng lượng; tuy nhiên, thay vào đó, độ dẻo và độ giãn dài bị giảm.

Cần lưu ý rằng các chế phẩm đúc nhúng trong thử nghiệm D có độ pH là 10,0. Khi độ pH cao hơn 10,5, số lượng nhóm carboxyl định hướng bên ngoài tại các bề mặt hạt được tăng lên, dẫn đến giảm độ bền của các liên kết ngang epoxy chủ yếu tạo thành liên kết ngang bên trong hạt. Mặt khác, khi độ pH thấp hơn 9,5, lượng liên kết ngang của axit carboxylic nhúng với epoxy sẽ tăng lên, và điều này dẫn đến tăng độ dẻo của màng; tuy nhiên, nó cũng gây ra hiện tượng dính và tương tự, khó tạo màng.

Hơn nữa, chất tạo liên kết ngang epoxy EX-321 được sử dụng trong tất cả các thử nghiệm hiện tại có đương lượng 140 g/eq. Đương lượng của chất tạo liên kết ngang epoxy tốt nhất là 100 đến 200 g/eq; tuy nhiên, khi sử dụng chất tạo liên kết ngang epoxy có đương lượng lớn hơn, có thể thu được kết quả tương tự như kết quả thu được trong các thử nghiệm hiện tại bằng cách tăng lượng chất tạo liên kết ngang epoxy.

Thử nghiệm E

Các đặc tính nội tại của các chế phẩm mủ tổng hợp 1, 8 và 9 (các tính chất vật lý của màng chỉ được liên kết ngang với canxi có nguồn gốc từ chất đông tụ khi không có chất tạo liên kết ngang) được trình bày trong bảng 6.

Bảng 6

chế phẩm mủ tổng hợp	Chế phẩm mủ tổng hợp		1	9	8
	Công thức (% trọng lượng)	Butadien	69,0	71,0	74,0
		Acrylonitril	27,0	25,0	22,0
		Axit metacrylic	4,0	4,0	4,0
	Hàm lượng không hòa tan trong MEK (% trọng lượng)		68	70	67
	Độ nhớt Mooney		MS113	ML107	MS103
Đặc tính nội tại	Độ cứng 500% (MPa)		6,49	4,5	4,62
	Tỷ lệ giãn dài (%)		679	724	726
	Độ bền kéo (MPa)		18,8	14,4	14,3
	Tỷ lệ duy trì ứng suất (%)		58,9	58,9	59,7

Như đã chứng minh ở trên, sáng chế không chỉ đề xuất sản phẩm đúc nhúng có tỷ lệ duy trì ứng suất ưu việt và độ dẻo tương tự như cao su tự nhiên có thể được cung cấp bằng cách sử dụng chất đàn hồi cao su nitril có chứa nhóm carboxyl, mà còn đề xuất chế phẩm đúc nhúng để sản xuất sản phẩm đúc nhúng và phương pháp sản xuất sản phẩm đúc nhúng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm đúc nhúng, bao gồm ít nhất:

chất đàn hồi cao su nitril chứa nhóm carboxyl;

chất tạo liên kết ngang epoxy bao gồm hợp chất epoxy có chứa ba nhóm ete glycidyl trở lên trong một phân tử và có khung cơ bản chứa hydrocarbon mạch hở, béo hoặc thơm; và

chất điều chỉnh độ pH,

trong đó

chất đàn hồi bao gồm đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome dien liên hợp với lượng từ 50% trọng lượng trở lên, 78% trọng lượng trở xuống, đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome nitril không bão hòa etylen với lượng từ 20% trọng lượng trở lên, 30% trọng lượng trở xuống, và đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome axit carboxylic không bão hòa etylen với lượng từ 3,5% trọng lượng trở lên, 6% trọng lượng trở xuống,

chất đàn hồi có hàm lượng không hòa tan trong metyl etyl xeton (MEK) từ 60% trọng lượng trở lên, 80% trọng lượng trở xuống, và

chất tạo liên kết ngang epoxy có tỷ lệ phân phối metyl isobutyl xeton (MIBK)/nước từ 50% trở lên được xác định bằng phương pháp đo sau:

phương pháp đo tỷ lệ phân phối MIBK/nước: trong ống nghiệm, 5,0 g nước, 5,0 g metyl isobutyl xeton (MIBK) và 0,5 g chất tạo liên kết ngang epoxy được cân chính xác và trộn bằng cách khuấy ở $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 3 phút, và hỗn hợp thu được được ly tâm ở $1,0 \times 10^3\text{ G}$ trong 10 phút và do đó được tách thành lớp nước và lớp MIBK, sau đó lớp MIBK được phân đoạn và cân để tính tỷ lệ phân phối MIBK/nước bằng cách sử dụng phương trình sau:

tỷ lệ phân phối MIBK/nước (%) = $\frac{(\text{trọng lượng của lớp MIBK đã tách (g)} - \text{trọng lượng MIBK trước khi tách (g)})}{\text{trọng lượng của chất tạo liên kết ngang được thêm vào (g)}} \times 100$

phép đo này được thực hiện ba lần và giá trị trung bình của nó được xác định là tỷ lệ phân phối MIBK/nước.

2. Chế phẩm đúc nhúng theo điểm 1, trong đó chất đàn hồi chứa đơn vị cấu trúc có nguồn gốc từ monome axit carboxylic không bão hòa etylen với lượng từ 3,5% trọng lượng trở lên, 5,0% trọng lượng trở xuống.
3. Chế phẩm đúc nhúng theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất tạo liên kết ngang epoxy được thêm vào với lượng từ 0,3 phần trọng lượng trở lên, 2,5 phần trọng lượng trở xuống đối với 100 phần trọng lượng của chất đàn hồi.
4. Chế phẩm đúc nhúng theo điểm 1 hoặc 2, trong đó độ pH được điều chỉnh thành 9,5 trở lên, 10,5 trở xuống bằng chất điều chỉnh độ pH.
5. Chế phẩm đúc nhúng theo điểm 1 hoặc 2, chế phẩm còn bao gồm kẽm oxit làm chất tạo liên kết ngang.
6. Chế phẩm đúc nhúng theo điểm 5, trong đó kẽm oxit được thêm vào với lượng từ 0,2 phần trọng lượng trở lên, 0,6 phần trọng lượng trở xuống đối với 100 phần trọng lượng của chất đàn hồi.
7. Chế phẩm đúc nhúng theo điểm 1 hoặc 2, có tỷ lệ trương nở MEK từ 5 lần trở lên, 10 lần trở xuống.
8. Sản phẩm đúc, là sản phẩm đóng rắn của chế phẩm đúc nhúng theo điểm 1 hoặc 2.
9. Sản phẩm đúc theo điểm 8, có tỷ lệ duy trì ứng suất từ 50% trở lên được xác định bằng phương pháp đo sau:

phương pháp đo tỷ lệ duy trì ứng suất: theo ASTM D412, mẫu thử được chuẩn bị, đánh dấu bằng các vạch ở khoảng cách vạch đo là 25 mm, và được kéo căng ở khoảng cách mâm cặp là 90 mm và tốc độ kéo là 500 mm/phút; một khi mẫu thử được kéo căng gấp đôi, việc kéo căng được kết thúc để đo ứng suất M0; mẫu thử được giữ nguyên và đo ứng suất M6 sau 6 phút; và tỷ lệ duy trì ứng suất được tính theo công thức sau:

$$\text{tỷ lệ duy trì ứng suất (\%)} = (M6/M0) \times 100.$$

10. Sản phẩm đúc theo điểm 8, là gãy tay.

11. Phương pháp sản xuất sản phẩm đúc nhúng, phương pháp bao gồm các bước:

(1) bước kết dính chất đông tụ để cho phép chất đông tụ kết dính vào khuôn tạo hình găng tay;

(2) bước già hóa chuẩn bị và khuấy chế phẩm đúc nhúng theo điểm 1 hoặc 2;

(3) bước nhúng ngâm khuôn tạo hình găng tay trong chế phẩm đúc nhúng;

(4) bước tạo keo tạo keo màng được tạo thành trên khuôn tạo hình găng tay để chuẩn bị tiền chất màng đóng rắn;

(5) bước rửa trôi để loại bỏ tạp chất khỏi tiền chất màng đóng rắn nhờ đó hình thành trên khuôn tạo hình găng tay;

(6) bước gấp mép để tạo thành cuộn trong phần cổ tay của găng tay sẽ thu được;
và

(7) bước đóng rắn gia nhiệt và làm khô tiền chất màng đóng rắn ở nhiệt độ cần thiết cho phản ứng liên kết ngang,

các bước từ (3) đến (7) được thực hiện theo thứ tự đã đề cập.

1/1

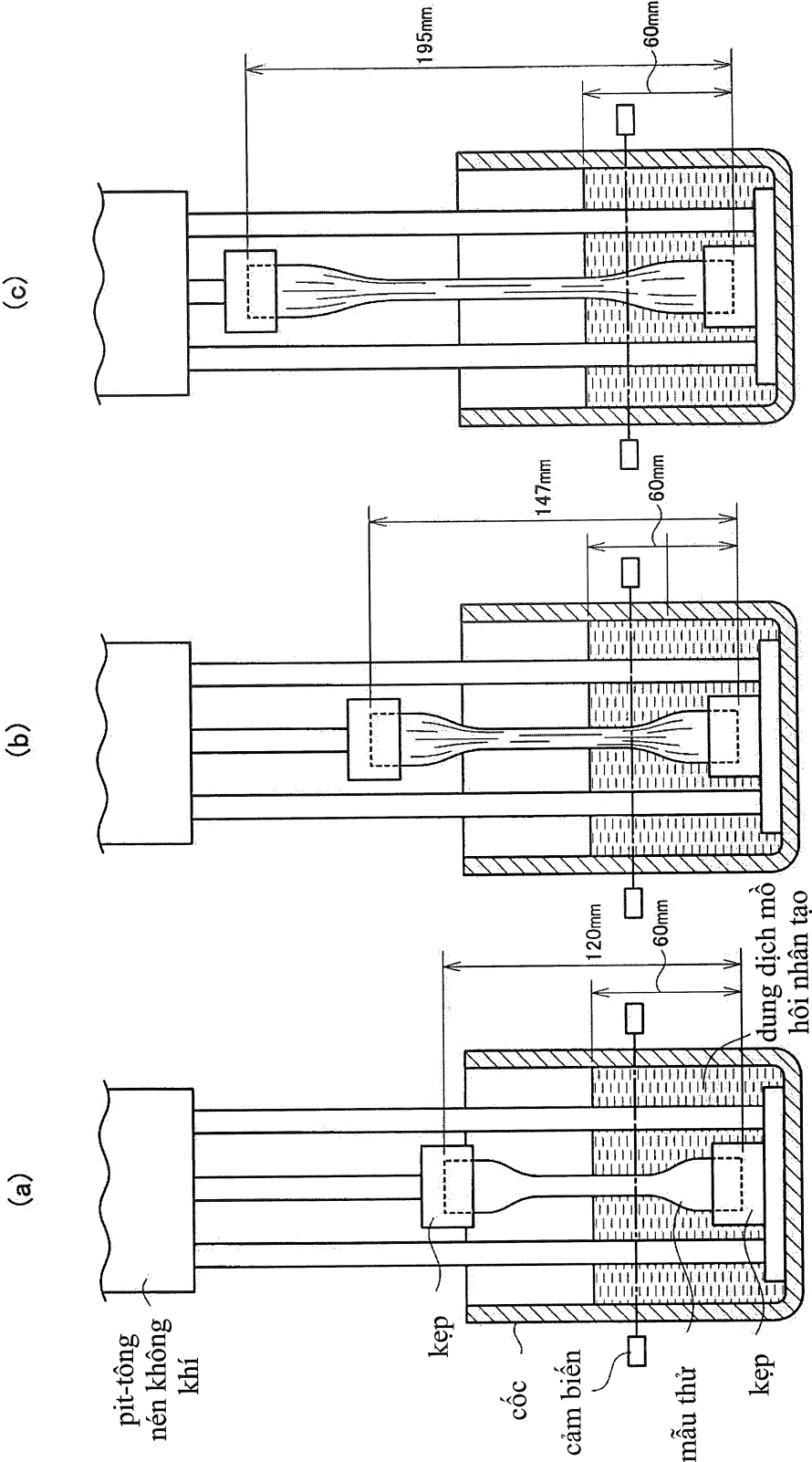


FIG. 1