



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

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

(11)



1-0049376

(51)^{2022.01} C08J 11/00; C08G 63/21

(13) B

(21) 1-2023-04317

(22) 27/03/2023

(86) PCT/KR2023/004019 27/03/2023

(87) WO 2023/210979 A1 02/11/2023

(30) 10-2022-0051156 26/04/2022 KR

(45) 25/07/2025 448

(43) 25/01/2024 430A

(73) ECO POLYMER CO.,LTD (KR)

48 Seokgyesaneopdanji-gil, Oedong-eup, Gyeongju-si Gyeongsangbuk-do 38206,
Republic of Korea

(72) YOON, Jae Young (KR).

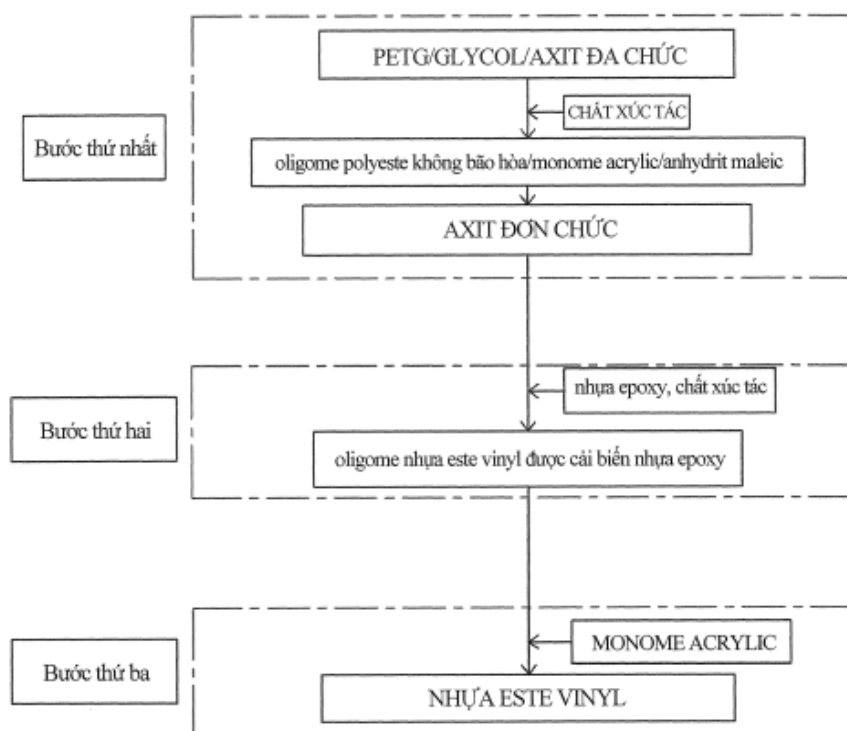
(74) Công ty TNHH Trường Xuân (AGELESS CO.,LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ NHỰA ESTE VINYL ĐƯỢC CẢI BIẾN NHỰA
EPOXY MONOME ACRYLIC THÂN THIỆN VỚI MÔI TRƯỜNG SỬ DỤNG
POLYETYLEN TEREPHTALAT ĐƯỢC CẢI BIẾN GLYCOL

(21) 1-2023-04317

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic thân thiện với môi trường sử dụng polyetylen terephtalat được cải biến glycol (PETG), phương pháp được đặc trưng ở chỗ bao gồm các bước: bước thứ nhất điều chế axit đơn chức bằng cách cho phản ứng glycol và axit đa chức với polyetylen terephtalat được cải biến glycol (PETG) thu được từ chất thải được sinh ra trong quá trình sản xuất polyetylen terephtalat (PET), qua đó thu được oligome polyeste không bão hòa, và sau đó cho phản ứng anhydrit maleic với oligome polyeste không bão hòa đã điều chế; bước thứ hai điều chế oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy bằng cách cho phản ứng nhựa epoxy với axit đơn chức được điều chế trong bước điều chế thứ nhất; và bước thứ ba điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy được điều chế trong bước điều chế thứ hai với monome acrylic.

Fig. 1



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic thân thiện với môi trường sử dụng polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG).

Cụ thể hơn là, sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic thân thiện với môi trường sử dụng polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG), phương pháp được đặc trưng ở chỗ bao gồm các bước: bước thứ nhất điều chế axit đơn chức bằng cách cho phản ứng glycol và axit đa chức với polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG) thu được từ chất thải được sinh ra trong polyetylen terephthalat (PET), qua đó thu được oligome polyeste không bão hòa, và sau đó cho phản ứng anhydrit maleic với oligome polyeste không bão hòa; bước thứ hai điều chế oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy bằng cách cho phản ứng nhựa epoxy với axit đơn chức được điều chế trong bước điều chế thứ nhất; và bước thứ ba điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic bằng cách pha loãng oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy được điều chế trong bước điều chế thứ hai với monome acrylic.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất thải được sinh ra từ phản ứng trùng ngưng polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG) chiếm 2% đến 5% sản lượng PETG và chứa các oligome PETG và rượu polyhydric không phản ứng. Cùng với việc sản lượng PETG liên tục phát triển trên toàn cầu, lượng chất thải được sinh ra cũng tăng lên.

Tuy nhiên, phần lớn chất thải được đốt bởi vì không có các phương pháp thu hồi

và tái chế thích hợp, cho nên các sản phẩm phụ hóa học có khả năng được tái chế bị lãng phí, gây ra thiệt hại đáng kể về tài chính và các vấn đề môi trường.

Mặt khác, nhựa este vinyl, mà được xử lý dễ dàng, được sử dụng rộng rãi làm chất nền cho nhựa nhiệt rắn và các vật liệu tổng hợp polime trong các ứng dụng quân sự và công nghiệp do tính kháng hóa tốt cùng các tính chất nhiệt và cơ. Thêm nữa, so với các loại nhựa nhiệt rắn như nhựa polyeste không bão hòa, có ưu điểm về giá cả phải chăng và khả năng xử lý dễ dàng. Phương pháp điều chế chúng thường cho phép thu được vinyl este bằng phản ứng bổ sung giữa các axit cacboxylic không bão hòa và nhựa epoxy loại epichlorohydrin bisphenol A.

Như một kỹ thuật thông thường liên quan đến PETG, bộc lộ rằng “PHƯƠNG PHÁP TÁI CHẾ HÓA HỌC CHẤT THẢI POLYETYLEN TEREPHTALAT ĐƯỢC CẢI BIẾN GLYCOL” trong tài liệu sáng chế sau, bằng sáng chế Hàn Quốc số 10-1888612 (được đăng ký ngày 08/08/2018).

Tuy nhiên, Tài liệu sáng chế sau đây chỉ nhắm đến việc cho phép sản phẩm trung gian được tạo thành qua việc khử trùng hợp chất thải bao gồm PETG cùng các oligome được sinh ra dưới dạng các sản phẩm phụ trong quá trình sản xuất PETG và được sử dụng làm vật liệu thô, như là nhựa polyeste không bão hòa và tương tự, thông qua các phản ứng chuyển hóa este, chưa nói đến các vật liệu đích cuối cùng là khác so với sáng chế.

Trong khi tiến hành nghiên cứu lên chất thải được sinh ra trong phản ứng trùng ngưng polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG), tác giả của sáng chế xác nhận rằng nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic thân thiện với môi trường đã điều chế sử dụng PETG đã có cải thiện khả năng chống ăn mòn và tính chất cơ học tốt, và đã hoàn thiện sáng chế.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

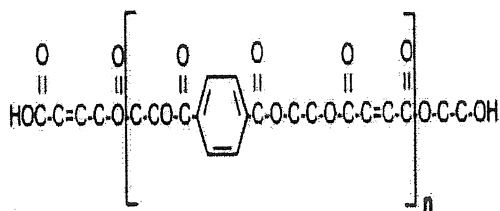
Sáng chế đã được tạo ra để giải quyết các vấn đề được mô tả trên, và mục đích của sáng chế là cung cấp phương pháp điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic thân thiện với môi trường sử dụng polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG).

Giải pháp kỹ thuật

Nhằm đạt được mục đích nêu trên, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic thân thiện với môi trường sử dụng polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG), phương pháp được đặc trưng ở chỗ bao gồm các bước:

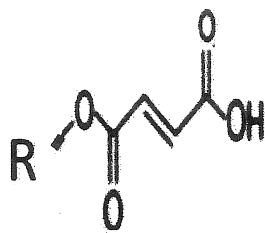
1) bước thứ nhất điều chế axit đơn chức theo Công thức cấu trúc 2 có giá trị hydroxit (giá trị OH) trong khoảng từ 120 đến 150 bằng cách thêm và cho phản ứng 60 phần đến 85 phần trọng lượng glycol, 35 phần đến 55 phần trọng lượng axit đa chức, và 0,25 phần đến 0,35 phần trọng lượng chất xúc tác với 90 phần đến 110 phần trọng lượng polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG) thu được từ chất thải được sinh ra trong quá trình sản xuất polyetylen terephthalat (PET), qua đó thu được oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1, và sau đó thêm và cho phản ứng 50 phần đến 60 phần trọng lượng monome acrylic, 60 phần đến 80 phần trọng lượng anhydrit maleic, và 0,15 phần đến 0,25 phần trọng lượng chất hãm trùng hợp với oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1,

Công thức cấu trúc 1



trong đó n trong Công thức cấu trúc 1 là số nguyên trong khoảng từ 5 đến 10,

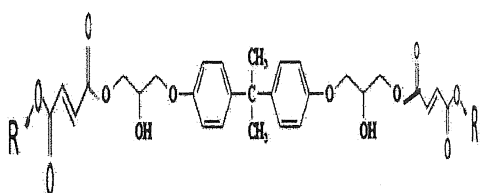
Công thức cấu trúc 2



trong đó R trong Công thức cấu trúc 2 là oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1 và 2-hydroxyetyl metacrylat hoặc 2-hydroxyetyl acrylat;

2) bước thứ hai điều chế oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy của Công thức cấu trúc 3 bằng cách thêm và cho phản ứng 220 phần đến 240 phần trọng lượng nhựa epoxy và 0,45 phần đến 0,60 phần trọng lượng chất xúc tác với axit đơn chức được điều chế trong bước điều chế thứ nhất,

Công thức cấu trúc 3



trong đó R trong Công thức cấu trúc 3 là oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1 và 2-hydroxyetyl metacrylat hoặc 2-hydroxyetyl acrylat; và

3) bước thứ ba điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic bằng cách thêm và cho phản ứng 0,35 phần đến 0,45 phần trọng lượng triphenylantimon, chất ổn định bảo quản, và 0,08 phần đến 0,12 phần trọng lượng p-tolubutylcatacol, chất ức chế gel trùng hợp, với oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy được điều chế trong bước điều chế thứ hai và sau đó pha loãng sản phẩm thu được với 410 phần đến 480 phần trọng lượng monome acrylic.

Mặt khác, phương thức để giải quyết các vấn đề cụ thể khác theo sáng chế được mô tả chi tiết trong phần mô tả chi tiết sáng chế.

Hiệu quả đạt được

Sáng chế cho phép nhựa este vinyl với cấu trúc chống ăn mòn nội phân tử và độ dẻo dai của PETG được cải thiện được điều chế, qua đó có ưu điểm là không chỉ trở nên thân thiện với môi trường do môi trường làm việc được cải thiện bằng cách loại bỏ mùi hôi và nguy cơ cháy mà còn tái chế tài nguyên do các tính chất cơ học tốt.

Hơn nữa, nhựa được gia cố, được sản xuất bằng cách nghiền nhựa este vinyl, mà là cốt polime được gia cố sợi thủy tinh (cốt sợi GFRP - glass fiber-reinforced polymer) có khả năng thay thế cốt thép của các kết cấu bê tông, là thích hợp để sử dụng làm vật liệu xây dựng ven biển đòi hỏi khả năng chống ăn mòn cốt thép mạnh hoặc khung năng lượng mặt trời nổi. Thêm nữa, có ưu điểm là được sử dụng rộng rãi như một vật liệu công nghiệp cho vật liệu tổng hợp sợi cacbon với độ đàn hồi tốt.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

FIG. 1 là sơ đồ minh họa quy trình điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic thân thiện với môi trường sử dụng polyetylen terephtalat được cải biến glycol (PETG) theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

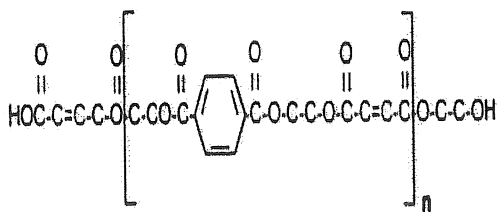
Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết với tham chiếu đến hình vẽ dưới đây.

FIG. 1 là sơ đồ minh họa quy trình điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic thân thiện với môi trường sử dụng polyetylen terephtalat được cải biến glycol (PETG) theo sáng chế.

Phương pháp điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic thân thiện với môi trường sử dụng polyetylen terephtalat được cải biến glycol (PETG) được đặc trưng ở việc bao gồm các bước: 1) bước thứ nhất điều chế axit đơn chức theo Công thức cấu trúc 2 có giá trị hydroxit (giá trị OH) trong khoảng từ 120 đến 150 bằng cách thêm và cho phản ứng 60 phần đến 85 phần trọng lượng glycol, 35 phần đến 55 phần trọng lượng axit đa chức, và 0,25 phần đến 0,35 phần trọng lượng chất xúc tác với 90

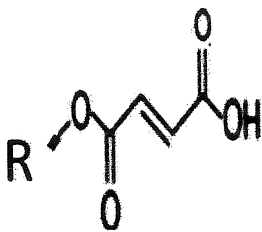
phần đến 110 phần trọng lượng polyetylen terephtalat được cải biến glycol (PETG) thu được từ chất thải được sinh ra trong quá trình sản xuất polyetylen terephtalat (PET), qua đó thu được oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1, và sau đó thêm và cho phản ứng 50 phần đến 60 phần trọng lượng monome acrylic, 60 phần đến 80 phần trọng lượng anhydrit maleic, và 0,15 phần đến 0,25 phần trọng lượng chất hãm trùng hợp với oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1,

Công thức cấu trúc 1



trong đó n trong Công thức cấu trúc 1 là số nguyên trong khoảng từ 5 đến 10,

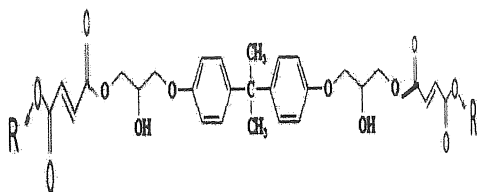
Công thức cấu trúc 2



trong đó R trong Công thức cấu trúc 2 là oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1 và 2-hydroxyetyl metacrylat hoặc 2-hydroxyetyl acrylat

2) bước thứ hai điều chế oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy của Công thức cấu trúc 3 bằng cách thêm và cho phản ứng 220 phần đến 240 phần trọng lượng nhựa epoxy và 0,45 phần đến 0,60 phần trọng lượng chất xúc tác với axit đơn chức được điều chế trong bước điều chế thứ nhất,

Công thức cấu trúc 3



trong đó R trong Công thức cấu trúc 3 là oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1 và 2-hydroxyetyl metacrylat hoặc 2-hydroxyetyl acrylat; và

3) bước thứ ba điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic bằng cách thêm và cho phản ứng 0,35 phần đến 0,45 phần trọng lượng triphenylantimon, chất ổn định bảo quản, và 0,08 phần đến 0,12 phần trọng lượng p-tolubutylcatacol, chất ức chế gel trùng hợp, với oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy được điều chế trong bước điều chế thứ hai và sau đó pha loãng sản phẩm thu được với 410 phần đến 480 phần trọng lượng monome acrylic.

Trong bước điều chế thứ nhất, polyetylen terephtalat được cải biến glycol (PETG) có thể là ít nhất một loại trong số các loại rượu polyhydric thu được từ sự đường phân của các mảnh vụn polyetylen terephtalat thu được qua việc nghiền 1) oligome polyetylen terephtalat (PET), mà là chất thải công nghiệp, polyetylen terephtalat được cải biến glycol (PETG) chứa glycol, và 2) polyetylen terephtalat (PET) được sinh ra trong quá trình thải bỏ sau khi sử dụng các sản phẩm gia dụng.

Polyetylen terephtalat được cải biến glycol (PETG) tốt hơn là được sử dụng theo lượng trong khoảng từ 90 phần đến 110 phần trọng lượng. Khi lượng là ít hơn 90 phần trọng lượng, giá trị hydroxyl (-OH) của olime nhựa este vinyl tăng lên, do đó lượng nhựa epoxy cho phản ứng tăng lên. Thêm nữa, độ nhớt của nhựa este vinyl bị giảm đi, và mặc dù độ ướt sợi được cải thiện do lượng PET thấp, chi phí sản xuất nhựa tăng lên. Khi lượng vượt quá 110 phần trọng lượng, độ nhớt của nhựa este vinyl trở nên cực kỳ cao, và độ ướt sợi là kém. Thêm nữa, giá của nhựa giảm đi, nhưng có vấn đề là độ bền cơ học bị giảm đi.

Các loại được chọn lựa trong số glycol etylen, glycol propylen, glycol dietylen,

diglycol propylen, glycol neopentyl, và tương tự có thể được sử dụng làm glycol. Tuy nhiên, trong sáng chế, hỗn hợp của glycol dietylen, glycol neopentyl, glycol propylen, và axit đa chức thì tốt hơn. Cụ thể, lượng tương ứng được sử dụng tốt hơn là 35 phần đến 45 phần trọng lượng glycol dietylen, 20 phần đến 30 phần trọng lượng glycol neopentyl, 5 phần đến 10 phần trọng lượng glycol propylen, 30 phần đến 45 phần trọng lượng anhydrit maleic, axit đa chức, và 5 phần đến 10 phần trọng lượng anhydrit phtalic. Trong trường hợp này, glycol dietylen được trộn lẫn theo lượng trong khoảng từ 35 phần đến 45 phần trọng lượng. Điều này là bởi vì khi lượng glycol dietylen là ít hơn 35 phần trọng lượng, tính tương thích của nhựa là tốt, nhưng sự thoái biến của PET tốn thời gian dài hơn. Thêm nữa, khi lượng vượt quá 45 phần trọng lượng, tính tương thích của nhựa là kém, và các vấn đề như là khói mù và sự hóa đỏ tại nhiệt độ cao xảy ra.

Thêm nữa, glycol neopentyl được trộn lẫn theo lượng trong khoảng từ 20 phần đến 30 phần trọng lượng. Glycol neopentyl có khả năng phản ứng tốt và cải thiện độ kháng nước của nhựa, và do đó được sử dụng chủ yếu như là vật liệu thô SMC cho các loại nhựa polyeste không bão hòa kháng nước. Khi lượng glycol neopentyl là ít hơn 20 phần trọng lượng, phản ứng với PETG tốn thời gian dài hơn, và phản ứng thất bại để thực hiện tại nhiệt độ cao, do đó sự thoái biến tốn thời gian dài hơn. Khi lượng vượt quá 30 phần trọng lượng, giá thành của nhựa tăng lên, và độ nhớt của rượu polyhydric được tăng lên, dẫn đến vấn đề tăng cường độ nhớt của nhựa trong phản ứng với monome acrylic.

Thêm nữa, glycol propylen được trộn lẫn theo lượng trong khoảng từ 5 phần đến 10 phần trọng lượng để kiểm soát độ nhớt và giá trị hydroxyl của oligome polyeste không bão hòa. Khi lượng glycol propylen là ít hơn 5 phần trọng lượng, độ nhớt của oligome được tăng lên, và khi lượng vượt quá 10 phần trọng lượng, xuất hiện vấn đề ở chỗ độ nhớt bị giảm đi, nhưng giá trị hydroxyl tăng lên.

Axit đa chức có thể được chọn lựa từ trong số anhydrit maleic, anhydrit phtalic, axit isophtalic, axit terephtalic, tetrahydroanhydrit phtalic, và axit adipic.

Anhydrit maleic tốt hơn là được trộn với lượng trong khoảng từ 30 phần đến 45 phần trọng lượng. Trong khi anhydrit maleic ảnh hưởng đến tình trạng hóa rắn của nhựa este vinyl, khi lượng là ít hơn 30 phần trọng lượng, nồng độ của anhydrit maleic là thấp, do đó nhiệt được sinh ra trong khi hóa rắn được hạ thấp, giá trị axit là thấp, và độ nhớt được tăng lên. Thêm nữa, nguy cơ gel hóa trong khi phản ứng bị giảm đi. Khi lượng là 35 phần trọng lượng hoặc cao hơn, xuất hiện vấn đề ở chỗ nhiệt được sinh ra trong khi hóa rắn được tăng lên, và nguy cơ gel hóa và độ ổn định bảo quản trong khi phản ứng bị giảm đi.

Anhydrit phtalic tốt hơn là được trộn với lượng trong khoảng từ 5 phần đến 10 phần trọng lượng. Trong khi anhydrit phtalic kiểm soát nồng độ không bão hòa của anhydrit maleic để hóa rắn, khi lượng là ít hơn 5 phần trọng lượng, nồng độ của anhydrit maleic tăng lên, do đó nhiệt được sinh ra trong khi hóa rắn được tăng lên. Thêm nữa, khi điều chế nhựa este vinyl, nguy cơ gel hóa là cao. Khi lượng là 10 phần trọng lượng hoặc cao hơn, nhiệt khó được sinh ra trong khi hóa rắn, dẫn đến vấn đề về sự biến chất trong các tính chất cơ học.

Thêm nữa, chất xúc tác có thể là ít nhất một loại trong số kẽm axetat, antimon trioxit (Sb_2O_3), thiếc oxalat (SnC_2O_4), và monobutyltin oxit ($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2\text{Sn}$) và tốt hơn là được sử dụng theo lượng trong khoảng từ 0,25 phần đến 0,35 phần trọng lượng. Điều này là bởi vì glycol khó bị được cải biến khi lượng là ít hơn 0,25 phần trọng lượng, và vấn đề về bọt tạo bên trong gây ra bởi phản ứng quá mức xảy ra khi lượng vượt quá 0,35 phần trọng lượng.

Như đã mô tả trên, polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG), glycol, axit đa chức, và chất xúc tác có thể được thêm vào lò phản ứng với một lượng phù hợp, được gia nhiệt trong môi trường nitơ để trộn, và sau đó trải qua phản ứng trong trạng thái ổn định tại nhiệt độ trong khoảng từ 205°C đến 225°C trong từ 3 giờ đến 4 giờ sao cho sự đường phân của polyetylen terephthalat xảy ra để glycol hóa. Trong trường hợp này,

oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1, glycol etylen, glycol dietylen, 1,4-xyclohexandimetanol (CHDM), glycol neopentyl, và axit terephtalic có thể được điều chế bằng đường phân. Hơn nữa, khi nhiệt độ phản ứng là thấp hơn 205°C , phản ứng đường phân tốn thời gian dài hơn, và khi nhiệt độ phản ứng vượt quá 225°C , vấn đề là màu của rượu polyhydric và oligome polyeste không bão hòa chuyển sang màu nâu xảy ra. Kết quả là, việc kiểm soát phản ứng xảy ra nằm trong khoảng trên là quan trọng.

Thêm nữa, giá trị hydroxyl của oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1 đã điều chế bằng phản ứng của polyetylen terephtalat được cải biến glycol (PETG) với axit đa chức và glycol được đo lường. Khi giá trị nằm trong khoảng từ 110 đến 150, nhiệt độ được hạ đến nhiệt độ 110°C . Sau đó, 50 phần đến 60 phần trọng lượng monome acrylic, 60 phần đến 70 phần trọng lượng anhydrit maleic, và 0,15 phần đến 0,25 phần trọng lượng chất hãm trùng hợp được thêm vào và trải qua phản ứng tại nhiệt độ 110°C trong 1 giờ để điều chế axit đơn chức theo Công thức cấu trúc 2 có giá trị hydroxit trong khoảng từ 120 đến 160.

Monome acrylic là dễ phản ứng và có thể là ít nhất một loại trong số 2-hydroxyetyl metacrylat (2-HEMA) và 2-hydroxyetyl acrylat. Trong một phương án của sáng chế, 2-hydroxyetyl metacrylat (2-HEMA) được ưu tiên để xem xét độ nhớt của nhựa este vinyl.

Trong trường hợp này, monome acrylic tốt hơn là được sử dụng theo lượng trong khoảng từ 50 phần đến 60 phần trọng lượng. Khi lượng được sử dụng là ít hơn 50 phần trọng lượng, độ bền của nhựa bị giảm đi do lượng không bão hòa tham gia trong phản ứng thấp. Khi lượng vượt quá 60 phần trọng lượng, lượng không bão hòa tham gia trong phản ứng là cao. Do đó, khi hóa rắn nhựa, các vết nứt có thể xuất hiện do nhiệt được sinh ra.

Thêm nữa, nhằm tạo điều kiện thuận lợi phản ứng để điều chế axit đơn chức và oligome polyeste không bão hòa trong bước điều chế thứ nhất, nhiệt độ phản ứng được thiết lập đến 110°C , và 0,15 phần đến 0,25 phần trọng lượng chất hãm trùng hợp đã được

thêm vào để gây ra phản ứng.

Trong trường hợp này, đối với chất hãm trùng hợp, ít nhất một chất được chọn lựa từ trong số hydroquinon, toluhydroquinon, metylhydroquinon, và p-benzoquinon có thể được trộn lẫn để sử dụng. Khi lượng được thêm vào là ít hơn 0,15 phần trọng lượng, độ ổn định bảo quản của nhựa este vinyl là kém, khiến cho việc bảo quản lâu dài khó khăn. Khi lượng vượt quá 0,25 phần trọng lượng, sự gel hóa tốn thời gian dài hơn, gây ra vấn đề về hiệu suất công việc kém.

Thêm nữa, khi giá trị hydroxyl được đo lường của axit đơn chức theo Công thức cấu trúc 2 là trong khoảng từ 120 đến 160, phản ứng có thể bị chấm dứt. Hơn nữa, khi nhiệt độ phản ứng là 115°C hoặc cao hơn, các nhóm monome acrylic và anhydrit maleic không bão hòa phản ứng với nhau, tăng nguy cơ gel hóa trong quá trình tổng hợp. Do đó, cần chú ý để nhiệt độ phản ứng không đạt 115°C hoặc cao hơn.

Bước điều chế thứ hai là bước điều chế oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy của Công thức cấu trúc 3 bằng cách cho phản ứng nhựa epoxy với axit đơn chức theo Công thức cấu trúc 2 được điều chế trong bước điều chế thứ nhất.

Nhựa epoxy có tính chịu nhiệt tốt, kháng hóa chất, kháng dung môi, tính kết dính, kháng mài mòn, và tương tự, cũng như các tính chất điện và cơ học tốt, và do đó được sử dụng trong nhiều lĩnh vực khác nhau liên quan đến phủ bề mặt, cách điện, kết cấu nhiều lớp, xây dựng, kết dính, và tương tự. Nhựa este vinyl loại bisphenol A đã điều chế từ đó có những ưu điểm sau đây: kháng hóa chất tốt, chịu nhiệt, chống ăn mòn, và cứng; tốc độ hóa rắn nhanh; và giá thành tương đối thấp. Thêm nữa, khi được trộn với nhựa este vinyl loại novolac, nhựa epoxy thu được những đặc trưng sau đây: khả năng chống ăn mòn cực cao; khả năng chịu nhiệt cực cao; nhiệt độ biến dạng nhiệt cao; và các tính chất cơ học tốt, khiến chúng không thể phá vỡ.

Về nhựa epoxy, ít nhất một chất được chọn lựa từ trong số các loại nhựa epoxy bisphenol loại A, nhựa epoxy bisphenol loại F, nhựa epoxy loại novolac, và nhựa epoxy

vòng béo có thể được sử dụng.

Trong sáng chế, 120 phần đến 140 phần trọng lượng nhựa epoxy bisphenol loại A có nhựa epoxy tương đương khoảng từ 180 đến 200 và 80 phần đến 100 phần trọng lượng nhựa epoxy bisphenol loại A có tương đương khoảng từ 450 đến 500 được thêm vào làm nhựa epoxy bisphenol loại A độ nhớt thấp và nhựa epoxy bisphenol loại A độ nhớt trung bình, tương ứng, để điều chế oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy tại nhiệt độ trong khoảng từ 100°C đến 110°C.

Khi lượng nhựa epoxy bisphenol loại A độ nhớt thấp là ít hơn 120 phần trọng lượng, độ nhớt của nhựa trở nên cực kỳ cao do một lượng tương đối lớn nhựa epoxy độ nhớt trung bình trong quá trình tổng hợp. Khi lượng vượt quá 140 phần trọng lượng, độ nhớt của nhựa bị giảm đi, nên độ ướt được cải thiện. Tuy nhiên, xuất hiện vấn đề ở chỗ trong khi độ nhớt của nhựa bị giảm đi, bề mặt trở nên cực dính trong khi hóa rắn.

Trong khi nhựa epoxy bisphenol loại A độ nhớt trung bình được thêm vào theo lượng trong khoảng từ 80 phần đến 100 phần trọng lượng, khi lượng là ít hơn 80 phần trọng lượng, độ nhớt mà tại đó axit acrylic và nhựa epoxy phản ứng bị giảm đi, do đó khả năng khuấy là tốt. Thêm nữa, nguy cơ gel hóa phản ứng được gây ra bởi việc độ nhớt bị giảm đi. Khi lượng vượt quá 100 phần trọng lượng, do độ nhớt phản ứng tăng, độ nhớt của thành cơ bản và độ nhớt của nhựa được tăng lên, dẫn đến thời gian pha loãng dài hơn.

Trong bước điều chế thứ hai, nhựa epoxy trải qua phản ứng tại nhiệt độ trong khoảng từ 100°C đến 110°C với việc bổ sung chất xúc tác. Đối với chất xúc tác, 0,45 phần đến 0,60 phần trọng lượng chất xúc tác gốc amin tốt hơn là được thêm vào. Đối với chất xúc tác gốc amin, ít nhất một chất được chọn lựa từ trong số trietylamin, etyltrimetylamonium bromua, dimethylbenzylamin, di-n-butylamin, và triphenylphosphin có thể được sử dụng.

Trong trường hợp này, khi lượng chất xúc tác là ít hơn 0,45 phần trọng lượng, phản ứng tốn thời gian dài hơn. Khi lượng vượt quá 0,60 phần trọng lượng, tốc độ phản ứng là rất nhanh, và nhiệt độ cao được sinh ra. Kết quả là, các vấn đề về sự gel hóa gây ra bởi

phản ứng giữa nhựa epoxy và axit đơn chức được điều chế trong bước điều chế thứ nhất và độ ổn định bảo quản kém của nhựa xuất hiện.

Thêm nữa, chất hãm trùng hợp có thể được thêm vào, và ít nhất một loại được chọn lựa từ trong số các loại hydroquinon, toluhydroquinon, metylhydroquinon, và p-benzoquinon có thể được trộn lẫn để sử dụng.

Bước điều chế thứ ba là bước điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic bằng cách thêm 0,35 phần đến 0,45 phần trọng lượng chất ổn định bảo quản và 0,08 phần đến 0,12 phần trọng lượng chất ức chế gel trùng hợp vào oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy được điều chế trong bước điều chế thứ hai, và sau đó pha loãng sản phẩm thu được với 410 phần đến 480 phần trọng lượng monome acrylic.

Các ví dụ về monome acrylic, chất pha loãng, có thể bao gồm metyl acrylat, metyl metacrylat, butyl acrylat, 1,6 hexadiol diacrylat, triglycol propylen diacrylat, etyl hexaacrylat, 2-hydroxyetyl metacrylat, 2-hydroxyetyl acrylat, trimetylolpropan trimetacrylat (TMPTMA), và tương tự. Sử dụng hỗn hợp của 2-hydroxyetyl metacrylat (2-HEMA), triglycol propylen diacrylat (TPGDA), và trimetylolpropan trimetacrylat (TMPTMA), thay vì sử dụng monome styren như thông thường, thân thiện với môi trường do giảm mùi hôi và nguy cơ hỏa hoạn, điều này được ưu tiên.

Monome acrylic tốt hơn là được sử dụng theo lượng trong khoảng từ 415 phần đến 600 phần trọng lượng tùy thuộc vào độ nhớt của nhựa este vinyl. Khi lượng được sử dụng là ít hơn 415 phần trọng lượng, độ nhớt của nhựa được tăng lên, nên độ ướt sợi là kém. Khi lượng vượt quá 600 phần trọng lượng, độ nhớt của nhựa bị giảm đi, nên độ ướt được cải thiện. Tuy nhiên, độ nhớt của nhựa trở nên cực thấp, nên xuất hiện vấn đề là nhựa rỉ ra trong trường hợp ép đùn.

Thêm nữa, trong các monome acrylic được trộn lẫn, 2-hydroxyetyl metacrylat (2-HEMA) tốt hơn là được sử dụng theo lượng trong khoảng từ 200 phần đến 300 phần trọng lượng. Khi lượng được sử dụng là ít hơn 200 phần trọng lượng, độ nhớt pha loãng được

tăng lên. Khi lượng vượt quá 300 phần trọng lượng, độ nhót bị giảm đi. Tuy nhiên, xuất hiện vấn đề ở chỗ sau khi hóa rắn nhựa, bề mặt đã hóa rắn trở nên cực dính do nhóm hydroxyl.

Trimethylolpropan trimetacrylat (TMPTMA), mà ảnh hưởng đến tính hóa rắn, có ba nhóm chức năng dễ phản ứng và tốt hơn là được sử dụng theo lượng trong khoảng từ 150 phần đến 200 phần trọng lượng. Khi lượng được sử dụng là ít hơn 150 phần trọng lượng, phản ứng hóa rắn bị trì hoãn, và nhiệt do đó khó được sinh ra, dẫn đến sự giảm độ nhót. Khi lượng được sử dụng vượt quá 200 phần trọng lượng, độ nhót được tăng lên, và nhiệt được sinh ra được tăng lên. Kết quả là, xuất hiện vấn đề ở chỗ các vết nứt xuất hiện.

Triglycol propylen diacrylat (TPGDA), mà kiểm soát khả năng sử dụng và độ nhót khi trộn nhựa, tốt hơn là được sử dụng theo lượng trong khoảng từ 65 phần đến 100 phần trọng lượng. Khi lượng được sử dụng là ít hơn 65 phần trọng lượng, tính tương thích sau khi trộn nhựa và độ ổn định của nhựa là kém. Khi lượng vượt quá 100 phần trọng lượng, tính tương thích và độ nhót được cải thiện. Tuy nhiên, xuất hiện vấn đề ở chỗ các vết nứt xuất hiện do nhiệt được sinh ra khi hóa rắn nhựa.

Thêm nữa, đối với độ ổn định bảo quản của monome acrylic và tính ổn định của nhựa, triphenylantimon (TPS), chất ổn định bảo quản, tốt hơn là được sử dụng theo lượng trong khoảng từ 0,35 phần đến 0,45 phần trọng lượng, và p-tolubutylcatacol (P-TBC), chất ức chế gel trùng hợp, tốt hơn là được thêm vào theo lượng trong khoảng từ 0,08 phần đến 0,12 phần trọng lượng.

Khi lượng TPS được sử dụng là ít hơn 0,35 phần trọng lượng, độ ổn định bảo quản bị giảm đi khi bảo quản nhựa tại nhiệt độ phòng, tăng nguy cơ gel hóa của nhựa. Khi lượng vượt quá 0,45 phần trọng lượng, thời gian gel hóa do phản ứng hóa rắn của nhựa bị trì hoãn. Kết quả là, xuất hiện vấn đề ở chỗ thời gian làm việc và thời gian tháo khuôn tốn thời gian dài hơn.

Thêm nữa, khi lượng P-TBC được sử dụng là ít hơn 0,08 phần trọng lượng, sự gel

hóa của nhựa với chất hóa rắn tốn thời gian ngắn hơn, và độ ổn định tại nhiệt độ phòng của nhựa bị giảm đi. Khi lượng vượt quá 0,12 phần trọng lượng, sự hóa rắn với chất hóa rắn tốn thời gian dài hơn.

Bằng cách tuân tự thực hiện quy trình các bước điều chế từ thứ nhất đến thứ ba, nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic thân thiện với môi trường có thể được điều chế sử dụng polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG) theo sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết cùng với các Ví dụ và Ví dụ so sánh dưới đây, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các Ví dụ. Trong các Ví dụ sau, phương pháp điều chế nhựa este vinyl sử dụng polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG) và các tính chất vật lý của nhựa đã điều chế từ đó được so sánh để tìm ra hiệu quả của chất pha loãng trong Ví dụ so sánh, monome styren, đối với các tính chất vật lý của nhựa este vinyl.

Ví dụ 1

1) 98,0 g polyetylen terephthalat được cải biến glycol (PETG), 40,0 g glycol dietylen, 24,5 g glycol neopentyl, 7,0 g glycol propylen, 39,0 g anhydrit maleic, 8,6 g anhydrit phthalic, và 0,30 g kẽm axetat được thêm vào lò phản ứng 2-L làm chất xúc tác. Nitơ được cấp trong khi tăng dần nhiệt độ đến 175°C. Sau đó, nhiệt độ được nâng đến 215°C trong 4 giờ cùng với việc khuấy. Trong khi duy trì cùng một nhiệt độ, giá trị axit được đo lường sao cho khi giá trị axit rắn đạt 30 hoặc ít hơn, và giá trị hydroxyl (OHv - hydroxyl value) đạt 150 hoặc ít hơn, nhiệt độ được làm mát đến 110°C hoặc ít hơn. Sau đó, 55,0 g 2-hydroxymetyl metacrylat (2-HEMA), 64,9 g anhydrit maleic, và 0,20 g toluhydroquinon (T-HQ) được thêm vào, và sản phẩm thu được được pha loãng với dung dịch được trộn lẫn sao cho nhiệt độ không vượt quá 100°C.

Khi việc pha loãng đã hoàn thành, nhiệt độ của dung dịch được pha loãng được

nâng đến 105°C. Trong khi duy trì nhiệt độ, phản ứng đã được thực hiện trong 1 giờ sao cho giá trị hydroxyl là 160 hoặc ít hơn. Kết quả là, oligome polyeste không bão hòa được điều chế.

2) Sau đó, trong khi duy trì nhiệt độ tại 105°C, 0,55 g triphenylphosphin, chất xúc tác, đã được thêm vào oligome polyeste không bão hòa. Tiếp theo, các loại nhựa epoxy, 125,0 g YD-128 (được mua từ Kukdo Chemical) và 85,0 g YD-011 (được mua từ Kukdo Chemical), được thêm vào hơn 2 giờ trong 4 lần. Trong khi duy trì nhiệt độ tại 105°C, phản ứng đã được thực hiện trong 2 giờ hoặc lâu hơn sao cho giá trị axit được đo lường đạt 15 hoặc ít hơn. Kết quả là, oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy được điều chế.

3) Sau đó, khi giá trị axit đạt 15 hoặc ít hơn, dung dịch monome acrylic được trộn lẫn gồm 230,0 g 2-hydroxyethyl metacrylat (2-HEMA), 160,2 g trimetylolpropan trimetacrylat (TMPTMA), 75,3 g triglycol propylen diacrylat (TPGDA), 0,40 g triphenylantimon (TPS), chất ổn định bảo quản, và 0,10 g p-tolubutylcatacol (P-TBC), chất ức chế gel trùng hợp, được thêm vào, và sản phẩm thu được được pha loãng. Trong khi duy trì nhiệt độ dưới 60°C, nhựa este vinyl được điều chế.

Ví dụ 2 đến Ví dụ 20

So sánh với Ví dụ 1, chỉ có lượng của mỗi thành phần được thêm vào là được thay đổi một chút, và phần còn lại là như nhau để điều chế nhựa este vinyl.

Bảng 1

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10
PETG	98,0	89,5	111,0	98,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái

DEG	40,0	Như bên trái	Như bên trái	34,5	40,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
NPG	24,5	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	31,0	24,5	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
PG	7,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	10,5	7,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
MA	39,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	29,5	39,0	Như bên trái	Như bên trái
PA	8,6	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	4,5	8,6	Như bên trái
Xúc tác (ZA)	0,30	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	0,23	0,30
2- HEMA	55,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	49,0
MA	64,9	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
T-HQ	0,20	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái

TPP	0,55	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
YD- 128	125,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
YD- 011	85,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
2- HEMA	230,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
TMPT MA	160,2	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
TGAD A	75,3	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
TPS	0,40	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
P-TBC	0,10	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái

Bảng 2

	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 13	Ví dụ 14	Ví dụ 15	Ví dụ 16	Ví dụ 17	Ví dụ 18	Ví dụ 19	Ví dụ 20
PETG	98,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
DEG	40,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
NPG	24,5	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
PG	7,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
MA	45,5	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
PA	8,6	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
Xúc tác (ZA)	0,30	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
2- HEMA	55,0	Như bên	Như bên	Như bên	Như bên	Như bên	Như bên	Như bên	Như bên	Như bên

		trái	trái	trái	trái	trái	trái	trái	trái	trái
MA	59,0	64,9	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
T-HQ	0,20	0,14	0,20	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
TPP	0,55	Như bên trái	0,44	0,55	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
YD- 128	125,0	Như bên trái	Như bên trái	119,0	125,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
YD- 011	85,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	79,0	85,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
2- HEMA	230,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	301,0	230,0	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái
TMPT MA	160,2	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	149,0	160,2	Như bên trái	Như bên trái
TGAD A	75,3	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	64,5	75,3	Như bên trái
TPS	0,40	Như bên	Như bên	Như bên	Như bên	Như bên	Như bên	Như bên	0,33	0,40

		trái	trái	trái	trái	trái	trái	trái		
P-TBC	0,10	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	Như bên trái	0,07

Ví dụ so sánh

Các loại nhựa epoxy, 270,351 g YD-128 và 156,519 g YD-011, đã được thêm vào lò phản ứng trong khi tăng nhiệt độ đến 100°C trong khi cấp khí. Sau đó, 0,867 g 2-methylimidazolin, chất xúc tác, và 0,208 g hydroquinon (HQ-S), chất hãm trùng hợp, được thêm vào. 145,187 g axit metacrylic (MAA) được thêm vào một cách từ từ trong 2 giờ tại nhiệt độ 100°C, và phản ứng đã được thực hiện trong khi thận trọng về sự sinh nhiệt.

Khi việc thêm axit metacrylic hoàn tất, nhiệt độ được duy trì tại 105°C, và phản ứng bị dừng lại khi giá trị axit đạt 15 hoặc ít hơn. Sau đó, sản phẩm thu được được pha loãng với 426,869 g monome styren. Lượng monome styren đã được điều chỉnh thêm để điều chế nhựa este vinyl.

Ví dụ thí nghiệm

Các phương pháp thí nghiệm và các kết quả đo lường về các đặc tính cơ học và tương tự của các loại nhựa este vinyl đã điều chế theo các Ví dụ từ 1 đến 20 và Ví dụ so sánh được thể hiện trong Bảng 3 dưới đây.

Bảng 3

Kết quả thí nghiệm cho một số Ví dụ

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7
OHv rượu	140	144	153	132	152	129	135

polyhydric							
Độ nhớt (poise)	5,2	4,4	7,9	5,2	7,2	5,2	4,9
Pha không bay hơi (%)	60,2	63,5	60,1	62,4	59	58,5	61,4
Giá trị axit nhựa (KOH ml/g)	13,0	18,7	14,2	13,9	14,3	13,7	18,4
Thời gian gel hóa (phút)	7	6	6,5	7,2	6,3	7,4	5,4
Độ cứng Barcol nhựa	35	35	35	34	34	32	31
Độ cứng Barcol cán mỏng	43	44	34	40	40	41	36
Độ bền kéo (MPa)	50	49	48	51	48	49	48
Độ bền uốn (MPa)	100	99	102	101	89	98	97
Độ giãn (%)	3,2	2,4	4,0	2,3	3,2	2,4	3,4
Độ ổn định bảo quản tại 60°C (ngày)	9	10	10	9	10	9	11
Thời gian bảo quản tại 105°C (giờ)	2,0	2,5	2,5	2,0	3,0	2,0	3,0
Lượng bay hơi (%)	2,1	2,2	2,0	2,3	2,0	2,4	2,3

Mức độ của mùi	4	4	4	3	3	4	4
	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 13	Ví dụ 14
OHv rượu polyhydric	125	137	138	147	153	160	144
Độ nhớt (poise)	5,3	5,4	6,0	6,2	5,4	5,8	7,4
Pha không bay hơi (%)	58,2	61,0	59,7	59,7	60,2	58,7	62,4
Giá trị axit nhựa (KOH ml/g)	14,2	16,4	12,7	12,7	13,8	16	14,4
Thời gian gel hóa (phút)	6,5	6,5	8,0	7,0	5,1	7,4	5,0
Độ cứng Barcol nhựa	34	31	29	31	30	43	34
Độ cứng Barcol cán mỏng	39	42	38	41	42	41	43
Độ bền kéo (MPa)	52	47	49	48	49	50	49
Độ bền uốn (MPa)	98	97	100	100	100	100	98
Độ giãn (%)	3,4	2,6	3,3	3,5	2,6	3,0	3,2
Độ ổn định bảo quản tại 60°C (ngày)	9	7,5	8	9	8,0	10	8
Thời gian bảo	2,5	2,0	2,5	2,5	3,0	2,0	3,0

quản tại 105°C (giờ)							
Lượng bay hơi (%)	2,2	2,1	2,3	2,4	2,3	2,3	2,2
Mức độ của mùi	4	4	4	4	4	4	4
	Ví dụ 15	Ví dụ 16	Ví dụ 17	Ví dụ 18	Ví dụ 19	Ví dụ 20	Ví dụ so sánh
OHv rượu polyhydric	139	130	135	142	135	147	-
Độ nhớt (poise)	5,2	6,2	6,5	7,2	6,4	5,4	5,2
Pha không bay hơi (%)	60	59,4	62	60,4	59,5	60,4	63,2
Giá trị axit nhựa (KOH ml/g)	13,4	14,5	14,0	12,5	11,4	13,2	8,5
Thời gian gel hóa (phút)	5,5	7,5	6,3	6,0	7,3	6,4	6,4
Độ cứng Barcol nhựa	35	34	31	33	33	32	35
Độ cứng Barcol cán mỏng	41	44	41	42	41	40	42
Độ bền kéo (MPa)	50	50	52	51	49	48	48
Độ bền uốn (MPa)	99	104	100	102	99	94	97

Độ giãn (%)	3,5	2,4	3,6	3,2	3,3	3,2	2,4
Độ ổn định bảo quản tại 60°C (ngày)	9	8	9	9	9	9	7
Thời gian bảo quản tại 105°C (giờ)	3,5	2,5	3,0	3,0	3,0	3,5	2,5
Lượng bay hơi (%)	2,5	2,4	2,4	2,3	2,2	2,1	3,6
Mức độ của mùi	3	5	4	4	4	4	2

※ Tiêu chuẩn thí nghiệm

o OHv rượu polyhydric: Phép đo sự khác biệt tiềm năng đã được thực hiện theo tiêu chuẩn ASTM D4274 và E222. Giá trị tốt hơn là ít hơn 150.

o Độ nhớt nhựa: Phép đo đã được thực hiện sử dụng máy đo độ nhớt Brookfield LVT tại nhiệt độ 25°C. Giá trị tốt hơn là nằm khoảng từ 5 Poise đến 6 Poise.

o Pha không bay hơi: Nhựa được hòa tan với dung dịch toluen/metanol trong lò tại nhiệt độ 107°C và được bay hơi trong 1 giờ. Sau đó, lượng còn dư được chuyển đổi thành phần trăm (%). Giá trị tốt hơn là nằm khoảng từ 60% đến 65%.

o Giá trị axit nhựa: Phép đo đã được thực hiện sử dụng dung dịch KOH. Giá trị tốt hơn là 15 ml/g hoặc ít hơn.

o Độ cứng Barcol nhựa: Dựa trên 1% chất hóa rắn, sự hóa rắn được thực hiện tại nhiệt độ 50°C, và sau đó sự hóa rắn được thực hiện tại nhiệt độ 80°C trong 2 giờ để đo lường. Giá trị tốt hơn là nằm khoảng từ 30 Barcol đến 35 Barcol.

o Thời gian hóa rắn: Dựa trên 1% chất hóa rắn, phép đo đã được thực hiện trong bể đẳng nhiệt tại nhiệt độ 50°C. Giá trị tốt hơn là nằm khoảng từ 6 phút đến 8 phút.

o Độ cứng Barcol cán mỏng: Thảm sợi thủy tinh (#450) được cán mỏng thành 3 lớp, sự hóa rắn được thực hiện tại nhiệt độ 50°C, và sau đó sự hóa rắn được thực hiện tại 80°C trong 2 giờ để đo lường. Giá trị tốt hơn là nằm khoảng từ 40 Barcol đến 45 Barcol.

o Độ bền kéo: Phép đo đã được thực hiện theo tiêu chuẩn ASTM D-638. Giá trị tốt hơn là nằm khoảng từ 45 MPa đến 55 MPa.

o Độ bền uốn: Phép đo đã được thực hiện theo tiêu chuẩn ASTM D-638. Giá trị tốt hơn là nằm khoảng từ 95 MPa đến 105 MPa.

o Độ giãn: Phép đo đã được thực hiện theo tiêu chuẩn ASTM D-638. Giá trị tốt hơn là nằm khoảng từ 2% đến 4%.

o Phép đo độ ổn định bảo quản: Trong khi được bảo quản trong một khoảng thời gian định trước trong lò được kiểm soát nhiệt độ, thời gian gel hóa của nhựa được đo lường.

o Lượng bay hơi: Sau khi được bỏ trong lò tại nhiệt độ 30°C trong 3 giờ, nồng độ bay hơi được đo lường. Giá trị tốt hơn là ít hơn 2,5%.

o Mức độ của mùi: mức độ cảm nhận mùi của một người

(5: rất tốt, 4: tốt, 3: trung bình, 2: có mùi, 1: rất xấu)

Phân tích kết quả thí nghiệm

Như có thể thấy trong Bảng 3, xác nhận rằng nhựa este vinyl theo Ví dụ 1, mà là phương án được ưu tiên nhất theo sáng chế, đã vượt trội hơn so với các loại nhựa este vinyl theo các Ví dụ 2 đến 20 và các Ví dụ so sánh về các tính chất cơ học, lượng bay hơi, mùi, và tương tự.

Tức là, khi điều chế nhựa este vinyl sử dụng polyetylen terephthalat được cải biến

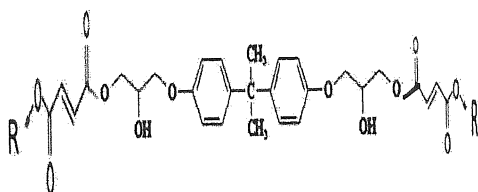
glycol (PETG) làm vật liệu thô chính theo phương pháp của sáng chế, các tính chất vật lý bằng với hoặc tốt hơn so với nhựa este vinyl được sản xuất sử dụng vật liệu mới có thể được thể hiện.

Trong khi các phương án cụ thể của sáng chế đã được bộc lộ, cần hiểu rằng các thay đổi và kết hợp khác là khả thi mà không tách rời khỏi bản chất của sáng chế bởi những người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Theo đó, các phương án điển hình được mô tả ở đây chỉ là minh họa đơn thuần và không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế. Thêm nữa, bản chất kỹ thuật của sáng chế không bị giới hạn bởi các phương án điển hình. Phạm vi bảo hộ của sáng chế được xác định bởi các điểm yêu cầu bảo hộ đi kèm, và tất cả những tương đương của chúng được hiểu là nằm trong phạm vi thực tế của sáng chế.

thức cấu trúc 1 và 2-hydroxyetyl metacrylat hoặc 2-hydroxyetyl acrylat;

2) bước thứ hai điều chế oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy của Công thức cấu trúc 3 bằng cách thêm và cho phản ứng 220 phần đến 240 phần trọng lượng nhựa epoxy và 0,45 phần đến 0,60 phần trọng lượng chất xúc tác với axit đơn chức được điều chế trong bước điều chế thứ nhất,

Công thức cấu trúc 3



trong đó R trong Công thức cấu trúc 3 là oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1 và 2-hydroxyetyl metacrylat hoặc 2-hydroxyetyl acrylat; và

3) bước thứ ba điều chế nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy monome acrylic bằng cách thêm và cho phản ứng 0,35 phần đến 0,45 phần trọng lượng triphenylantimon, chất ổn định bảo quản, và 0,08 phần đến 0,12 phần trọng lượng p-tolubutylcatacol, chất ức chế gel trùng hợp, với oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy được điều chế trong bước điều chế thứ hai và sau đó pha loãng sản phẩm thu được với 410 phần đến 480 phần trọng lượng monome acrylic.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước điều chế thứ nhất, glycol là hỗn hợp của 35 phần đến 45 phần trọng lượng glycol dietylen, 20 phần đến 30 phần trọng lượng glycol neopentyl, và 5 phần đến 10 phần trọng lượng glycol propylen,

axit đa chức là hỗn hợp của 30 phần đến 45 phần trọng lượng anhydrit maleic và 5 phần đến 10 phần trọng lượng anhydrit phtalic,

chất xúc tác là ít nhất một loại trong số kẽm axetat, antimon trioxit, thiếc oxalat, và monobutyltin oxit,

monome acrylic là 2-hydroxyethyl metacrylat hoặc 2-hydroxyethyl acrylat, và chất hãm trùng hợp là ít nhất một loại trong số hydroquinon, toluhydroquinon, metylhydroquinon, và p-benzoquinon.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước điều chế thứ nhất, phản ứng để điều chế oligome polyeste không bão hòa của Công thức cấu trúc 1 được thực hiện ở nhiệt độ 215°C trong 4 giờ sau khi tăng nhiệt độ đến 175°C cùng với việc khuấy trong khi cung cấp nitơ, và

phản ứng để điều chế axit đơn chức theo Công thức cấu trúc 2 được thực hiện ở nhiệt độ 105°C trong 1 giờ.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước điều chế thứ hai, nhựa epoxy là ít nhất một loại trong số nhựa epoxy bisphenol loại A, nhựa epoxy bisphenol loại F, nhựa epoxy loại novolac, và nhựa epoxy vòng béo, và

chất xúc tác là ít nhất một loại trong số trietylamin, etyltrimetylamonium bromua, dimetylbenzylamin, di-n-butylamin, và triphenylphosphin.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước điều chế thứ hai, phản ứng để điều chế oligome nhựa este vinyl được cải biến nhựa epoxy của Công thức cấu trúc 3 được thực hiện ở nhiệt độ 105°C trong 2 giờ.

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước điều chế thứ ba, monome acrylic là hỗn hợp của 2-hydroxyethyl metacrylat (2-HEMA), triglycol propylen diacrylat (TPGDA), và trimetylolpropan trimetacrylat (TMPTMA).

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong bước điều chế thứ ba, sự pha loãng được thực hiện bằng cách duy trì nhiệt độ tại 60°C hoặc thấp hơn.

1/1

Fig. 1

