



(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)



1-0050471

(51)^{2021.01} C08F 279/02

(13) B

(21) 1-2022-05806

(22) 15/04/2021

(86) PCT/US2021/027468 15/04/2021

(87) WO2021/211832 21/10/2021

(30) 63/010,498 15/04/2020 US

(45) 25/08/2025 449

(43) 27/01/2023 418A

(73) FINA TECHNOLOGY, INC. (US)

P.O. Box 674412, Houston, TX 77267-4412, United States of America

(72) DE ANDA, Carlos (MX); TRIMINO, Giovanni (US); STILES, Bradley (US); SOSA, Jose (US).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT POLYSTYREN CÓ ĐỘ BỀN CHỐNG VA ĐẬP CAO

(21) 1-2022-05806

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao bao gồm bước nạp vào thiết bị phản ứng hỗn hợp được polyme hóa một phần chứa ít nhất một monome vinyl thơm, chất đàn hồi và monome vinyl thơm đã được phản ứng trong đó hỗn hợp được polyme hóa một phần chưa trải qua quá trình đảo ngược pha; polyme hóa hỗn hợp được polyme hóa một phần trong thiết bị phản ứng đến thời điểm đảo ngược pha để tạo ra hỗn hợp được đảo ngược pha; thu hồi một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha từ thiết bị phản ứng trong đó hỗn hợp được đảo ngược pha chứa polystyren có độ bền chống va đập cao; và nạp vào một phần khác của hỗn hợp được đảo ngược pha vào một thiết bị phản ứng khác.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao, cụ thể hơn sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái cao su được cải thiện.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Polyme được gia cường bằng chất đàn hồi của các hợp chất thơm monovinyliden như styren, alpha-methylstyren và styren được thế vòng đã được sử dụng rộng rãi cho mục đích thương mại. Ví dụ, polyme styren được gia cường bằng chất đàn hồi có các hạt rời rạc của chất đàn hồi được liên kết chéo được phân bố trong toàn bộ khối polyme styren có thể hữu ích cho một loạt các ứng dụng bao gồm bao bì thực phẩm, văn phòng phẩm, bảng hiệu và màn hình điểm mua hàng, đồ gia dụng và hàng tiêu dùng, vật liệu cách điện và cách nhiệt tòa nhà và bao bì mỹ phẩm. Polyme được gia cường bằng chất đàn hồi như vậy được gọi chung là polystyren có độ bền chống va đập cao. Các đặc tính cơ học của polystyren có độ bền chống va đập cao, do đó các ứng dụng tiềm năng của nó chủ yếu phụ thuộc vào các hạt chất đàn hồi (cao su) có kết cấu hình thái mong muốn. Thuật ngữ “chất đàn hồi” và “cao su” như trong lĩnh vực này, được sử dụng thay thế cho nhau trong bản mô tả. Ví dụ, hình thái hỗn hợp không mong muốn có thể được đặc trưng bởi phân bố kích cỡ hạt cao su rộng với polystyren có độ bền chống va đập cao có nồng độ đáng kể của hạt cao su kích cỡ nhỏ có đường kính trung bình nhỏ hơn 1µm. Hạt cao su kích cỡ nhỏ có hình thái hỗn hợp như hình thái dạng sợi hoặc mê cung có thể dẫn đến tính ứng dụng cao su kém. Hơn nữa, polystyren có độ bền chống va đập cao có hình thái được đặc trưng bởi sự có mặt của hạt cao su kích cỡ nhỏ thường có đặc tính độ dẻo kém và độ giãn đứt thấp. Do đó, cần có quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái cao su được cải thiện như được thể hiện bởi phân bố kích cỡ hạt cao su hẹp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao bao gồm bước nạp vào thiết bị phản ứng hỗn hợp được polyme hóa một phần chứa ít nhất một monome vinyl thơm, chất đàn hồi và monome vinyl thơm đã được phản ứng trong đó hỗn hợp

được polyme hóa một phần chưa trải qua quá trình đảo ngược pha; polyme hóa hỗn hợp được polyme hóa một phần trong thiết bị phản ứng đến thời điểm đảo ngược pha để tạo ra hỗn hợp được đảo ngược pha; thu hồi một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha từ thiết bị phản ứng trong đó hỗn hợp được đảo ngược pha chứa polystyren có độ bền chống va đập cao; và nạp vào một phần khác của hỗn hợp được đảo ngược pha vào một thiết bị phản ứng khác.

Sáng chế cũng đề cập đến quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao bao gồm bước nạp vào thiết bị phản ứng thứ nhất hỗn hợp được polyme hóa một phần chứa ít nhất một monome vinyl thơm, chất đàn hồi và monome vinyl thơm đã được phản ứng trong đó hỗn hợp được polyme hóa một phần chưa trải qua quá trình đảo ngược pha; polyme hóa hỗn hợp được polyme hóa một phần trong thiết bị phản ứng thứ nhất đến thời điểm đảo ngược pha để tạo ra hỗn hợp được đảo ngược pha; nạp vào thiết bị phản ứng thứ hai một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha từ thiết bị phản ứng thứ nhất, trong đó thiết bị phản ứng thứ hai được bố trí phía sau thiết bị phản ứng thứ nhất; và thu hồi một phần khác của hỗn hợp được đảo ngược pha, trong đó một phần khác được thu hồi này của hỗn hợp được đảo ngược pha chứa polystyren có độ bền chống va đập cao.

Sáng chế cũng đề cập đến hệ thống thiết bị phản ứng sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao, bao gồm thiết bị phản ứng thứ nhất dạng thùng khuấy liên tục có (a) cửa nạp được tạo kết cấu để tiếp nhận (i) ít nhất một monome vinyl thơm, (ii) chất đàn hồi, và (iii) chất hoạt hóa gốc tự do và (b) cửa xả được tạo kết cấu để vận chuyển dòng chảy ra của thiết bị phản ứng thứ nhất; thiết bị phản ứng thứ hai dạng thùng khuấy liên tục có (a) cửa nạp được nối lưu với cửa xả của thiết bị phản ứng thứ nhất dạng thùng khuấy liên tục và được tạo kết cấu để tiếp nhận (i) một phần của dòng chảy ra của thiết bị phản ứng thứ nhất từ thiết bị phản ứng thứ nhất dạng thùng khuấy liên tục, (ii) ít nhất một monome vinyl thơm, (iii) chất đàn hồi, và (iv) chất hoạt hóa gốc tự do và (b) cửa xả được tạo kết cấu để vận chuyển một phần của dòng chảy ra của thiết bị phản ứng thứ hai bao gồm polystyren có độ bền chống va đập cao; và (c) đường ống dẫn để thiết lập dòng tuần hoàn giữa thiết bị phản ứng thứ hai và thiết bị phản ứng thứ nhất trong đó dòng tuần hoàn chứa một phần khác của dòng chảy ra của thiết bị phản ứng thứ hai.

Phần mô tả nêu trên thể hiện các dấu hiệu và các ưu điểm kỹ thuật của sáng chế để có thể hiểu rõ hơn phần mô tả chi tiết sau. Các dấu hiệu và ưu điểm bổ sung của sáng chế sẽ được mô tả dưới đây tạo thành nội dung của bộ yêu cầu bảo hộ của sáng chế. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rằng khái niệm và các khía cạnh cụ thể được bộc lộ có thể dễ dàng được sử dụng làm cơ sở để cải biến hoặc thiết kế các kết cấu khác để thực hiện các mục đích tương tự của sáng chế. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rằng các thiết kế tương đương như vậy không nằm ngoài phạm vi của sáng chế bộ yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn thông qua phần mô tả dưới đây cùng các hình vẽ kèm theo.

Fig.1 là hình vẽ thể hiện phản ứng polyme hóa polystyren có độ bền chống va đập cao.

Fig.2 là hình vẽ thể hiện hệ thống thiết bị phản ứng polyme hóa.

Fig.3 và Fig.4 là ảnh chụp kính hiển vi điện tử quét truyền qua thể hiện các mẫu từ ví dụ 1 và ví dụ 2.

Mô tả chi tiết sáng chế

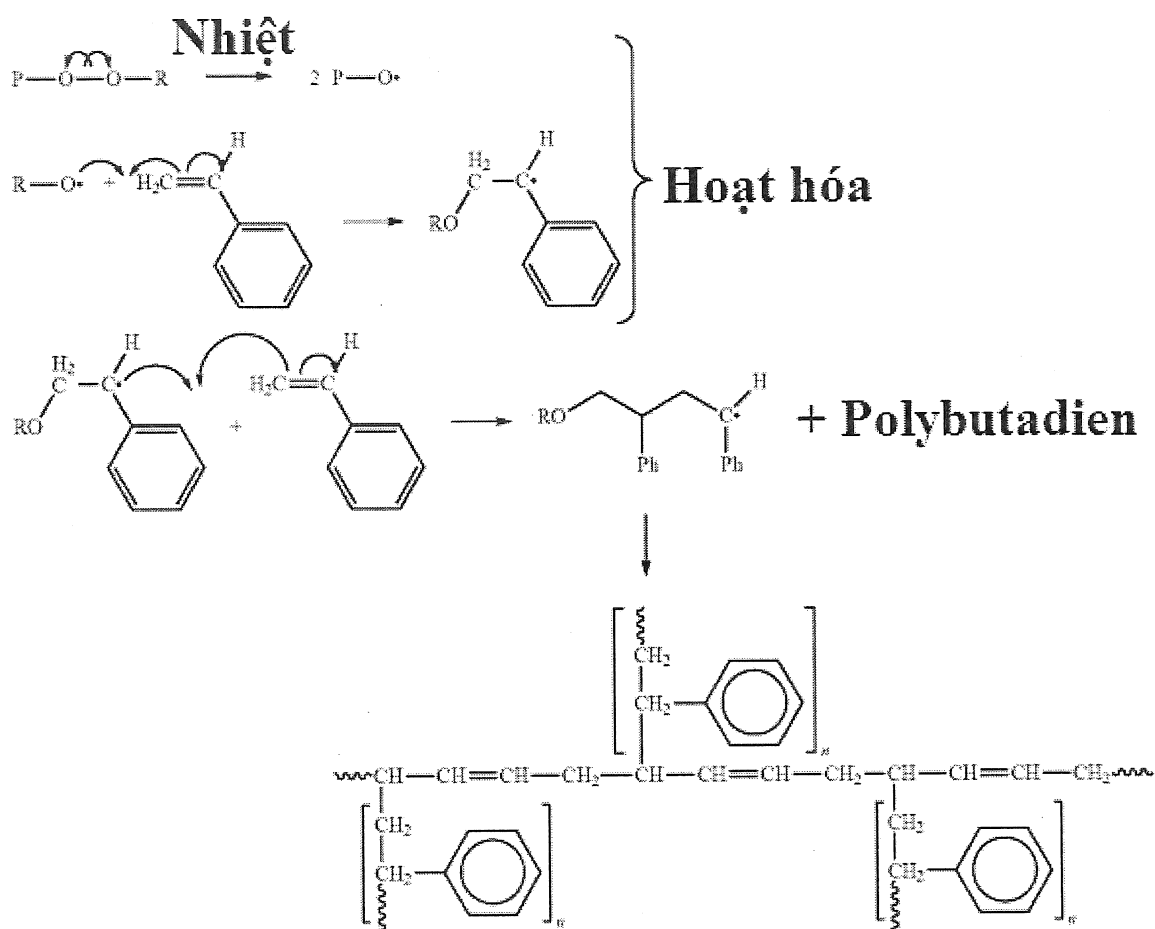
Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao có phân bố kích cỡ hạt cao su (RPSD hoặc độ rộng phân bố kích cỡ hạt cao su) bằng hoặc nhỏ hơn khoảng 1,5. Polystyren có độ bền chống va đập cao như vậy có phân bố kích cỡ hạt cao su hẹp được gọi là polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện và được gọi tắt là IM-HIPS.

Quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao thường bao gồm bước hòa tan cao su (ví dụ chất đàn hồi polybutadien trong styren) mà sau đó được polyme hóa. Trong phản ứng polyme hóa, quá trình phân tách pha trên cơ sở đặc tính không trộn lẫn được của polystyren và polybutadien xuất hiện trong hai giai đoạn. Ban đầu, polybutadien tạo ra pha chính hoặc pha liên tục với styren được phân bố trong đó. Khi phản ứng bắt đầu, các giọt polystyren 10 (các hình tròn đậm hơn) tạo ra và được phân tán trong dung dịch chất đàn hồi 20 (nền nhạt hơn) chứa polybutadien và monome styren, như được thể hiện trên Fig.1A. Khi phản

ứng tiến triển và lượng của polystyren liên tục tăng, quá trình biến đổi hình thái hoặc quá trình đảo ngược pha xuất hiện sao cho polystyren hiện tạo ra pha liên tục và polybutadien và monome styren tạo ra pha không liên tục, như được thể hiện trên Fig.1B. Quá trình đảo ngược pha này dẫn đến hình thành pha không liên tục bao gồm các hạt chất đàn hồi phức hợp trong đó chất đàn hồi tồn tại ở dạng màng polybutadien bao quanh các miền được bọc kín của polystyren, như được thể hiện bởi số chỉ dẫn 30 (các hình tròn nhạt hơn) trên Fig.1C. Quá trình khuấy cắt có thể được sử dụng để gây ra quá trình đảo ngược pha. Phản ứng polyme hóa được thực hiện trong thiết bị đo lưu biến đã cho thấy rằng tốc độ cắt nằm trong khoảng từ 10 đến 30 giây^{-1} là đủ để đảo ngược hai pha.

Phản ứng polyme hóa polystyren có độ bền chống va đập cao có thể được thực hiện theo phương trình phản ứng được thể hiện trong sơ đồ I:

Sơ đồ I



Phản ứng này mô tả sự hình thành của các chuỗi polystyren trong sự có mặt của polybutadien dẫn đến sản sinh polystyren được liên hợp với polybutadien, là yếu tố ảnh hưởng đến hình thái của polystyren có độ bền chống va đập cao.

Theo một khía cạnh, quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện bao gồm thiết bị phản ứng thứ nhất để nạp hỗn hợp phản ứng thứ nhất chứa monome styren, hạt chất đàn hồi và chất hoạt hóa gốc tự do, mỗi thành phần này sẽ được mô tả chi tiết hơn trong phần mô tả dưới đây. Sau đó, hỗn hợp phản ứng thứ nhất có thể được polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ nhất để tạo ra hỗn hợp phản ứng. Ví dụ, hỗn hợp phản ứng thứ nhất có thể được polyme hóa cho đến khi tỷ lệ phần trăm chất rắn trong hỗn hợp phản ứng thứ nhất nằm trong khoảng từ 1% đến 25%, theo cách khác nằm trong khoảng từ 1% đến 10% hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 5% đến 10% tính trên tổng lượng chất rắn trong thiết bị phản ứng. Theo một khía cạnh, hỗn hợp phản ứng chứa styren chưa phản ứng bậc một, cao su, và polystyren.

Quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện theo sáng chế còn bao gồm bước nạp ít nhất một phần của hỗn hợp phản ứng là thành phần của nguyên liệu vào thiết bị phản ứng thứ hai. Theo một số khía cạnh, hỗn hợp phản ứng được nạp không liên tục vào thiết bị phản ứng thứ hai ở lượng nằm trong khoảng từ 1% thể tích đến 20% thể tích tính trên tổng thể tích của thiết bị phản ứng thứ nhất, theo cách khác nằm trong khoảng từ 1% thể tích đến 15% thể tích hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 1% thể tích đến 5% thể tích. Theo một khía cạnh khác, hỗn hợp phản ứng được nạp liên tục vào thiết bị phản ứng thứ hai ở tốc độ dòng đơn vị nằm trong khoảng từ 1% thể tích đến 20% thể tích, theo cách khác nằm trong khoảng từ 1% thể tích đến 15% thể tích hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 1% thể tích đến 5% thể tích tính trên tổng thể tích của thiết bị phản ứng thứ nhất; và được hẹn giờ để đáp ứng mục đích của một số người sử dụng hoặc mục đích của quy trình. Ví dụ, ít nhất một phần của hỗn hợp phản ứng có thể được vận chuyển ở tốc độ nằm trong khoảng từ 1% thể tích của thiết bị phản ứng thứ nhất tính trên một phút đến 20% thể tích của thiết bị phản ứng thứ nhất tính trên một phút.

Theo một khía cạnh, nguyên liệu được polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ hai ít nhất đến thời điểm đảo ngược pha để tạo ra dòng chảy ra của thiết bị phản ứng. Dòng chảy ra

của thiết bị phản ứng có thể chứa styren chưa được phản ứng, polystyren, polystyren grafted cao su, và polystyren có độ bền chống va đập cao.

Theo một khía cạnh, quy trình theo sáng chế bao gồm bước thiết lập dòng tuần hoàn giữa thiết bị phản ứng thứ nhất và thiết bị phản ứng thứ hai trong đó dòng tuần hoàn chứa một số phần của dòng chảy ra của thiết bị phản ứng. Dòng tuần hoàn có thể được thiết lập giữa thiết bị phản ứng thứ nhất và thiết bị phản ứng thứ hai sao cho dòng chảy ra của thiết bị phản ứng được nạp từ thiết bị phản ứng thứ hai vào thiết bị phản ứng thứ nhất. Theo một số khía cạnh, dòng chảy ra của thiết bị phản ứng được nạp vào thiết bị phản ứng thứ nhất không liên tục ở lượng nằm trong khoảng từ 0,1% thể tích đến 20% thể tích tính trên tổng thể tích của thiết bị phản ứng thứ hai, theo cách khác nằm trong khoảng từ 0,1% thể tích đến 1% thể tích hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 0,1% thể tích đến 0,5% thể tích. Theo một khía cạnh khác, dòng chảy ra của thiết bị phản ứng được liên tục nạp vào thiết bị phản ứng thứ nhất ở tốc độ dòng đơn vị nằm trong khoảng từ 0,1% thể tích đến 20% thể tích, theo cách khác nằm trong khoảng từ 0,1% thể tích đến 1% thể tích hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 0,1% thể tích đến 0,5% thể tích tính trên tổng thể tích của thiết bị phản ứng thứ hai và được hện giờ để đáp ứng mục đích của một số người sử dụng hoặc mục đích của quy trình.

Theo một số khía cạnh, polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện theo sáng chế được sản xuất trong quy trình được thực hiện theo các giai đoạn. Quy trình theo sáng chế có thể được thực hiện theo một số giai đoạn (tức là giai đoạn 1, giai đoạn 2) để dễ dàng đối chiếu, tuy nhiên các hoạt động trong mỗi giai đoạn không bị giới hạn ở thứ tự cụ thể. Ví dụ, một hoặc nhiều hoạt động của giai đoạn cụ thể có thể được thực hiện đồng thời với một hoặc nhiều hoạt động của một giai đoạn khác cho dù “một giai đoạn khác” được thực hiện sau hoặc trước “giai đoạn cụ thể”. Các cải biến như vậy về thời gian của các hoạt động được thực hiện trong giai đoạn cụ thể bất kỳ có thể được tạo ra bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này với các lợi ích của sáng chế.

Theo một khía cạnh của sáng chế, quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện bao gồm giai đoạn thứ nhất (tức là giai đoạn 1) bao gồm bước nạp vào thiết bị phản ứng thứ nhất hỗn hợp phản ứng thứ nhất chứa monome styren, hạt chất đàn hồi và chất hoạt hóa gốc tự do. Sau đó, hỗn hợp phản ứng thứ nhất có thể được xử lý

bằng các điều kiện trong thiết bị phản ứng thứ nhất thích hợp cho phản ứng polyme hóa hỗn hợp phản ứng thứ nhất. Ví dụ, thiết bị phản ứng thứ nhất có thể được gia nhiệt đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 150°C, theo cách khác nằm trong khoảng từ 110°C đến 135°C hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 115°C đến 120°C trong khoảng thời gian nằm trong khoảng từ 30 phút đến 120 phút, theo cách khác nằm trong khoảng từ 30 phút đến 90 phút hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 30 phút đến 60 phút. Theo một khía cạnh, giai đoạn 1 bao gồm bước polyme hóa hỗn hợp phản ứng thứ nhất đến một thời điểm trước quá trình đảo ngược pha để tạo ra hỗn hợp phản ứng có hàm lượng chất rắn nằm trong khoảng từ 1% đến 25%, theo cách khác nằm trong khoảng từ 1% đến 15% hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 5% đến 10% tính trên tổng lượng nguyên liệu trong thiết bị phản ứng.

Theo một khía cạnh, quy trình theo sáng chế bao gồm giai đoạn thứ hai (Giai đoạn 2) trong đó hỗn hợp phản ứng được sử dụng làm nguyên liệu cho thiết bị phản ứng thứ hai. Theo khía cạnh này, hỗn hợp phản ứng được vận chuyển từ thiết bị phản ứng thứ nhất đến thiết bị phản ứng thứ hai bằng cách sử dụng phương pháp thích hợp bất kỳ. Hỗn hợp phản ứng có thể được vận chuyển liên tục đến thiết bị phản ứng thứ hai ở tốc độ thích hợp bất kỳ. Theo một khía cạnh, hỗn hợp phản ứng trong thiết bị phản ứng thứ hai được xử lý bằng các điều kiện thích hợp cho phản ứng polyme hóa liên tục hỗn hợp phản ứng. Theo một số khía cạnh, các điều kiện phản ứng polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ hai tương tự như các điều kiện phản ứng polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ nhất, theo cách khác các điều kiện phản ứng polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ hai khác với các điều kiện phản ứng polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ nhất. Ví dụ, các điều kiện phản ứng polyme hóa trong thiết bị phản ứng thứ hai có thể có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C, theo cách khác nằm trong khoảng từ 120°C đến 145°C hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 125°C đến 130°C trong khoảng thời gian nằm trong khoảng từ 90 phút đến 180 phút, theo cách khác nằm trong khoảng từ 90 phút đến 150 phút hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 90 phút đến 120 phút. Theo các khía cạnh như vậy, hỗn hợp phản ứng có thể được xử lý bằng phản ứng polyme hóa cho đến thời điểm như vậy khi dòng chảy ra của thiết bị phản ứng chứa chất rắn ở hàm lượng ít nhất bằng 50% được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ hai, theo cách khác hàm

lượng ít nhất bằng 40% hoặc theo cách khác hàm lượng ít nhất bằng 30% tính trên tổng lượng nguyên liệu trong thiết bị phản ứng.

Theo một khía cạnh, quy trình theo sáng chế bao gồm giai đoạn thứ ba (tức là giai đoạn 3) bao gồm bước thiết lập dòng tuần hoàn giữa thiết bị phản ứng thứ nhất và thiết bị phản ứng thứ hai. Ví dụ, một phần của dòng chảy ra của thiết bị phản ứng chứa chất rắn ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 10% đến 50% có thể được nạp vào thiết bị phản ứng thứ nhất ở tốc độ nằm trong khoảng từ 0,1% thể tích đến 20% thể tích, theo cách khác nằm trong khoảng từ 0,1% thể tích đến 1% thể tích hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 0,1% thể tích đến 0,5% thể tích tính trên tổng thể tích của thiết bị phản ứng thứ hai và được hẹn giờ để đáp ứng mục đích của một số người sử dụng hoặc mục đích của quy trình. Theo một khía cạnh, dòng tuần hoàn có thể được thiết lập ở thời điểm bất kỳ sau khi hàm lượng chất rắn được tạo ra trong thiết bị phản ứng thứ hai nằm trong khoảng từ 5% đến 50%, theo cách khác nằm trong khoảng từ 10% đến 40% hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 15% đến 30% tính trên tổng lượng nguyên liệu trong thiết bị phản ứng. Theo các khía cạnh như vậy, trong giai đoạn 3 quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện theo sáng chế bao gồm thiết bị phản ứng thứ nhất và thiết bị phản ứng thứ hai được nối lưu thông qua ít nhất đường ống dẫn thứ nhất và đường ống dẫn thứ hai trong đó đường ống dẫn thứ nhất vận chuyển hỗn hợp phản ứng từ thiết bị phản ứng thứ nhất đến thiết bị phản ứng thứ hai và đường ống dẫn thứ hai vận chuyển dòng chảy ra của thiết bị phản ứng từ thiết bị phản ứng thứ hai đến thiết bị phản ứng thứ nhất.

Theo một khía cạnh, quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện có thể bao gồm các giai đoạn bổ sung (ví dụ giai đoạn 3 + x trong đó $x \geq 1$) trong đó dòng chảy ra của thiết bị phản ứng từ thiết bị phản ứng thứ hai được vận chuyển đến một hoặc nhiều thiết bị phản ứng bổ sung để thực hiện phản ứng polyme hóa bổ sung và/hoặc bước xử lý bổ sung để đáp ứng mục đích của một số người sử dụng hoặc mục đích ứng dụng mong muốn.

Theo một khía cạnh khác, quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao bao gồm bước nạp vào thiết bị phản ứng hỗn hợp được polyme hóa một phần chứa ít nhất một monome vinyl thơm, chất đàn hồi và monome vinyl thơm đã được phản ứng trong đó hỗn hợp

được polyme hóa một phần chưa trải qua quá trình đảo ngược pha. Quy trình này có thể còn bao gồm bước polyme hóa hỗn hợp được polyme hóa một phần trong thiết bị phản ứng đến thời điểm đảo ngược pha để tạo ra hỗn hợp được đảo ngược pha. Phản ứng polyme hóa hỗn hợp được polyme hóa một phần có thể được thực hiện trong các điều kiện của loại được bộc lộ trong sáng chế. Theo một khía cạnh, quy trình này còn bao gồm bước thu hồi một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha từ thiết bị phản ứng trong đó hỗn hợp được đảo ngược pha chứa polystyren có độ bền chống va đập cao và nạp vào một phần khác của hỗn hợp được đảo ngược pha vào một thiết bị phản ứng khác. Theo một khía cạnh, thiết bị phản ứng và một thiết bị phản ứng khác là cùng loại của thiết bị phản ứng. Theo cách khác thiết bị phản ứng và một thiết bị phản ứng khác là các loại khác nhau của các thiết bị phản ứng.

Theo các khía cạnh trong đó hỗn hợp phản ứng được nạp liên tục, thiết bị phản ứng thứ nhất có thể được nối lưu với thiết bị phản ứng thứ hai. Ví dụ, thiết bị phản ứng thứ nhất có thể chứa thiết bị phản ứng có cửa nạp được tạo kết cấu để tiếp nhận hỗn hợp phản ứng thứ nhất; và cửa xả được tạo kết cấu để vận chuyển hỗn hợp phản ứng đến cửa nạp của thiết bị phản ứng thứ hai. Dòng tuần hoàn có thể được thiết lập giữa cửa xả của thiết bị phản ứng thứ hai và cửa nạp của thiết bị phản ứng thứ nhất. Hệ thống này được thể hiện trên Fig.2. Như được thể hiện trên Fig.2, một phần của hệ thống thiết bị phản ứng sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện 100, bao gồm thiết bị phản ứng thứ nhất 10, và thiết bị phản ứng thứ hai 20. Hỗn hợp phản ứng thứ nhất có thể được vận chuyển thông qua đường ống 5 đến thiết bị phản ứng 10 trong đó khi được xử lý bằng các điều kiện phản ứng polyme hóa của loại được bộc lộ trong sáng chế tạo ra hỗn hợp phản ứng. Hỗn hợp phản ứng có thể được vận chuyển từ thiết bị phản ứng thứ nhất 10, thông qua đường ống 15 đến thiết bị phản ứng 20 mà sau khi xử lý bằng các điều kiện phản ứng polyme hóa, cũng của loại được bộc lộ trong sáng chế, tạo ra dòng chảy ra của thiết bị phản ứng. Một phần của dòng chảy ra của thiết bị phản ứng có thể được vận chuyển từ thiết bị phản ứng thứ hai 20 thông qua đường ống 25 đến thiết bị phản ứng thứ nhất 10, tức là thiết lập dòng tuần hoàn. Ngoài ra, dòng chảy ra của thiết bị phản ứng có thể được vận chuyển thông qua đường ống 30 đến quy trình bổ sung tiếp theo.

Mặc dù các đường ống để vận chuyển nguyên liệu (ví dụ dòng chảy ra của thiết bị phản ứng) được bố trí ở các vị trí cụ thể trên các thiết bị phản ứng (ví dụ Fig.2, đường ống 5 đến thiết bị phản ứng 10), nhưng được dự tính rằng các đường ống này có thể được bố trí như mong muốn bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này để cho phép vận chuyển nguyên liệu đến vùng bất kỳ của thiết bị phản ứng. Ví dụ, Fig.2 đường ống 5, có thể cho phép nạp các nguyên liệu (ví dụ hỗn hợp phản ứng thứ nhất) thông qua đỉnh của thiết bị phản ứng thứ nhất 10, như được thể hiện trên Fig.2. Các đường ống cho phép vận chuyển các nguyên liệu đến và từ thiết bị phản ứng có thể được bố trí ở vị trí bất kỳ trên thiết bị phản ứng sao cho các nguyên liệu (ví dụ hỗn hợp phản ứng thứ nhất, dòng chảy ra của thiết bị phản ứng) có thể được nạp/phân tách từ vị trí bất kỳ dọc theo thiết bị phản ứng với điều kiện là các vị trí như vậy tương thích với các nguyên liệu đang được vận chuyển và thiết bị đang được sử dụng.

Theo một khía cạnh, thiết bị phản ứng thứ nhất ví dụ thiết bị phản ứng 10 của Fig.2), thiết bị phản ứng thứ hai ví dụ thiết bị phản ứng 20 của Fig.2) hoặc cả hai thiết bị này có thể là thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục. Thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục là thùng phản ứng có thể được khuấy hoặc trộn liên tục bằng cách sử dụng các phương tiện khuấy trộn thích hợp bất kỳ, ví dụ thiết bị khuấy trộn quay; thiết bị khuấy từ; sục hoặc thổi khí tro qua pha lỏng. Thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục có thể được vận hành theo quy trình theo mẻ hoặc quy trình liên tục (ví dụ các chất phản ứng được bổ sung định kỳ hoặc liên tục vào thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục trong khi hỗn hợp phản ứng được phân tách định kỳ hoặc liên tục vào từ thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục).

Theo một khía cạnh khác, thiết bị phản ứng thứ nhất (ví dụ thiết bị phản ứng 10 trên Fig.2), thiết bị phản ứng thứ hai (ví dụ thiết bị phản ứng 20 trên Fig.2) hoặc cả hai thiết bị này là thiết bị phản ứng dòng chảy cả khối. Thiết bị phản ứng dòng chảy cả khối là thiết bị phản ứng trong đó một hoặc nhiều chất phản ứng dạng lỏng được bơm thông qua đường ống hoặc ống; phản ứng hóa học xảy ra khi các chất phản ứng vận chuyển qua thiết bị phản ứng dòng chảy cả khối, và hỗn hợp chứa sản phẩm được thu nhận dưới dạng dòng chảy ra của thiết bị phản ứng.

Theo một khía cạnh khác, hệ thống thiết bị phản ứng thích hợp để sử dụng trong sáng chế bao gồm một hoặc nhiều thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục và một hoặc nhiều

thiết bị phản ứng dòng chảy cả khối khi cần để tạo ra polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện của loại được bọc lộ trong sáng chế.

Theo một khía cạnh, hỗn hợp bất kỳ được xử lý bằng các điều kiện phản ứng polyme hóa của loại được bọc lộ trong sáng chế để sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện (ví dụ hỗn hợp phản ứng thứ nhất) chứa monome thiom vinyliden, theo cách khác styren. Styren, cũng được gọi là vinyl benzen, etylenylbenzen và phenyleten is hợp chất hữu cơ có công thức hóa học C_8H_8 . Monome thiom vinyliden tương tự có thể được thế toàn bộ hoặc một phần cho styren. Monome như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở styren được thế ví dụ (α -metyl styren), styren được thế vòng như p-metylstyren, distyren được thế, và styren không được thế. Theo một khía cạnh, monome styren chiếm ít nhất 70% khối lượng hỗn hợp bất kỳ được xử lý bằng các điều kiện phản ứng polyme hóa của loại được bọc lộ trong sáng chế để sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện, theo cách khác nằm trong khoảng từ 70% đến 95% khối lượng hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 85% đến 95% khối lượng tính trên tổng khối lượng của hỗn hợp.

Theo một khía cạnh, hỗn hợp bất kỳ được xử lý bằng các điều kiện phản ứng polyme hóa của loại được bọc lộ trong sáng chế để sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện (ví dụ hỗn hợp phản ứng thứ nhất) chứa ít nhất một chất hoạt hóa gốc tự do. Chất hoạt hóa gốc tự do như vậy có thể là nguồn gốc tự do để hoạt hóa phản ứng polyme hóa styren. Theo một khía cạnh, chất hoạt hóa bất kỳ có khả năng tạo ra gốc tự do tạo điều kiện thuận lợi cho phản ứng polyme hóa styren có thể được sử dụng. Chất hoạt hóa gốc tự do như vậy bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở peroxit hữu cơ. Ví dụ về peroxit hữu cơ thích hợp để sử dụng trong sáng chế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở diaxyl peroxit, peroxydicarbonat, monoperoxycarbonat, peroxyketal, peroxyeste, dialkyl peroxit, hydroperoxit hoặc tổ hợp bất kỳ của chúng.

Theo một khía cạnh, nồng độ chất hoạt hóa gốc tự do trong phản ứng được tính theo nồng độ của oxy hoạt tính (ppm). Theo một khía cạnh, nồng độ oxy hoạt tính trong các phản ứng theo sáng chế để sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện nằm trong khoảng từ 20ppm đến 80ppm, theo cách khác nằm trong khoảng từ 20ppm đến 60ppm, theo cách khác nằm trong khoảng từ 30ppm đến 60ppm. Người có hiểu biết trung

bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rằng việc lựa chọn chất hoạt hóa và lượng hữu hiệu sẽ phụ thuộc vào nhiều yếu tố (ví dụ nhiệt độ, thời gian phản ứng) và có thể được chọn bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này để đáp ứng nhu cầu mong muốn của quy trình.

Theo một khía cạnh, hỗn hợp bất kỳ được xử lý bằng các điều kiện phản ứng polyme hóa của loại được bộc lộ trong sáng chế để sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện (ví dụ hỗn hợp phản ứng thứ nhất) chứa monome dien liên hợp là chất đàn hồi (cao su). Ví dụ về monome dien liên hợp thích hợp để sử dụng trong sáng chế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở 1,3-butadien, 2-metyl-1,3-butadien, 2-clo-1,3 butadien, 2-metyl-1,3-butadien, và 2-clo-1,3-butadien.

Theo một khía cạnh, chất đàn hồi chứa monome dien liên hợp béo. Ví dụ về monome dien liên hợp béo thích hợp để sử dụng trong sáng chế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở C_4 - C_9 dien như monome butadien. Các hỗn hợp phối trộn hoặc copolyme của các monome butadien cũng có thể được sử dụng. Tương tự, hỗn hợp hoặc hỗn hợp phối trộn của một hoặc nhiều chất đàn hồi có thể được sử dụng. Theo một khía cạnh, chất đàn hồi chứa homopolyme của monome dien, theo cách khác, chất đàn hồi chứa polybutadien. Theo một khía cạnh, chất đàn hồi có thể có mặt trong hỗn hợp bất kỳ được xử lý bằng các điều kiện phản ứng polyme hóa của loại được bộc lộ trong sáng chế để sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện ở lượng bằng hoặc lớn hơn khoảng 1% khối lượng, theo cách khác nằm trong khoảng từ 6% đến 10% khối lượng, theo cách khác khoảng 6% khối lượng, khoảng 7% khối lượng, khoảng 8% khối lượng, khoảng 9% khối lượng, hoặc khoảng 10% khối lượng, theo cách khác nằm trong khoảng từ 8% đến 9% khối lượng, theo cách khác nằm trong khoảng từ 8,3% đến 8,7% khối lượng, theo cách khác khoảng 8,5% khối lượng tính trên tổng khối lượng của hỗn hợp.

Theo một khía cạnh, polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện cũng có thể chứa các chất bổ trợ để tạo ra các đặc tính vật lý mong muốn, như, độ bóng hoặc màu sắc được gia tăng. Các chất bổ trợ như vậy có thể được nạp ở thời điểm thích hợp bất kỳ trong quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện. Ví dụ về các chất bổ trợ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở chất chuyên chuỗi, talc, chất chống oxy hóa, chất ổn định UV, chất làm trơn, dầu khoáng, chất hóa dẻo và các chất tương tự. Các

chất bổ trợ nêu trên có thể được sử dụng riêng hoặc kết hợp để tạo ra các polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện khác nhau. Ví dụ, các chất ổn định hoặc các tác nhân ổn định có thể được sử dụng để hỗ trợ bảo vệ polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện khỏi bị phân hủy do tiếp xúc với nhiệt độ và/hoặc ánh sáng cực tím quá mức. Các chất bổ trợ này có thể được bao gồm, riêng hoặc kết hợp, ở lượng hữu hiệu để tạo ra các đặc tính mong muốn. Lượng chất bổ trợ hữu hiệu và quy trình bổ sung các chất bổ trợ này vào các hỗn hợp polyme là đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này.

Theo một khía cạnh, polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện theo sáng chế được đặc trưng bởi độ trương nở nằm trong khoảng từ 5% đến 30%, theo cách khác nằm trong khoảng từ 5% đến 15% hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 10% đến 15%. Độ trương nở có thể được sử dụng để đánh giá mức độ gắn kết (liên kết chéo) giữa các phân tử chất đàn hồi (ví dụ polybutadien). Độ trương nở có thể được xác định bằng cách tính toán tỷ lệ giữa khối lượng của gel ẩm và khối lượng của gel khô, như được xác định theo phương pháp ASTM D3616.

Theo một khía cạnh, polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện theo sáng chế được đặc trưng bởi hàm lượng gel nằm trong khoảng từ 10% đến 50%, theo cách khác nằm trong khoảng từ 5% đến 30% hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 15% đến 25%. Hàm lượng gel, thể hiện mức độ liên hợp, tức là lượng của polystyren được liên hợp vào cao su, được xác định 1g polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện trong 20mL toluen ở nhiệt độ phòng, sau đó ly tâm toàn bộ hỗn hợp để phân tách gel không hòa tan trong toluen ra khỏi phần còn lại.

Theo một khía cạnh, polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện của loại được bộc lộ trong sáng chế có kích cỡ hạt cao su nằm trong khoảng từ 1 μ m đến 10 μ m, theo cách khác nằm trong khoảng từ 1 μ m đến 8 μ m hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 1 μ m đến 5 μ m và phân bố kích cỡ hạt cao su (tức là RPSD hoặc độ rộng phân bố kích cỡ hạt cao su) nhỏ hơn khoảng 1,5, theo cách khác nhỏ hơn khoảng 1,3 hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 1,0 đến 1,3. RPS và độ rộng phân bố kích cỡ hạt cao su có thể được xác định bằng cách sử dụng phương pháp thích hợp bất kỳ, ví dụ bằng cách sử dụng thiết bị

phân tích kích cỡ hạt ASTM F577-78 Malvern. Kích cỡ hạt cao su được đo theo đơn vị μm trong khi độ rộng phân bố kích cỡ hạt cao su là trị số không có thứ nguyên là đại lượng đo độ rộng của phân bố.

Theo một khía cạnh, polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện của loại được bọc lộ trong sáng chế có tỷ lệ gel:cao su nằm trong khoảng từ 1 đến 10, theo cách khác nằm trong khoảng từ 2 đến 5 hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 2 đến 3 như được xác định bằng tỷ lệ giữa % hàm lượng gel và % hàm lượng cao su được sử dụng trong mẫu. Tỷ lệ gel:cao su thể hiện lượng polystyren có mặt trong pha cao su (được bịt kín bên trong các hạt cao su hoặc được gắn vào phân tử polybutadien).

Theo một khía cạnh, polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện của loại được bọc lộ trong sáng chế có phân đoạn thể tích pha cao su nằm trong khoảng từ 10% đến 50%, theo cách khác nằm trong khoảng từ 15% đến 35% hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ 20% đến 30% như được xác định bằng tỷ lệ phần trăm thể tích của pha cao su trong mẫu.

Polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện theo sáng chế có thể được đặc trưng bởi cấu trúc có chất đàn hồi được phân tán trong mạng polystyren rong đó mỗi khoang chất đàn hồi có nhiều miền được bịt kín của polystyren được bẫy hoàn toàn hoặc một phần trong khoang cao su. Theo một khía cạnh, miền được bịt kín như vậy có thể có kích cỡ nằm trong khoảng từ $0,1\mu\text{m}$ đến $2,0\mu\text{m}$, theo cách khác nằm trong khoảng từ $0,1\mu\text{m}$ đến $1\mu\text{m}$ hoặc theo cách khác nằm trong khoảng từ $0,5\mu\text{m}$ đến $1\mu\text{m}$ như được xác định bằng phân tích hình ảnh được thực hiện trên các hình ảnh thu được bằng kính hiển vi điện tử.

Polystyren có độ bền chống va đập cao được sản xuất bằng quy trình theo sáng chế có thể hữu ích cho nhiều ứng dụng bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở bao bì thực phẩm, văn phòng phẩm, bảng hiệu và màn hình điểm mua hàng, đồ gia dụng và hàng tiêu dùng, vật liệu cách điện và cách nhiệt tòa nhà và bao bì mỹ phẩm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn thông qua các ví dụ sau. Các ví dụ này chỉ nhằm mục đích minh họa chứ không giới hạn phạm vi của sáng chế.

Ví dụ 1

Trong thử nghiệm sau, các phản ứng polyme hóa theo mẻ được thực hiện bằng cách sử dụng công thức nguyên liệu được mô tả trong Bảng 1. Công thức nguyên liệu tương tự được sử dụng trong toàn bộ các ví dụ. Toàn bộ cao su được hòa tan trong dung dịch nguyên liệu trước khi thử nghiệm.

Bảng 1

Nguyên liệu	% Khối lượng
Cao su - Buna CB 550	5,0
Etyl benzen (%)	4,5
MO - Drakeol 600 (%)	1,4
Monome styren (%)	89,2
Luperox PST (ppm)	220
Kẽm stearat (ppm)	500

Đối với các phản ứng theo mẻ, thể tích xác định của phản ứng A (30mL và 50mL) được thu nhận sau khi đảo ngược pha và bổ sung vào nguyên liệu của phản ứng B. Sau đó, phản ứng B được bắt đầu và tiếp tục cho đến khi đạt được tỷ lệ biến đổi bằng 70% và nguyên liệu được loại bỏ các chất bay hơi và các đặc tính polyme được thử nghiệm. Chu trình nhiệt độ được sử dụng trong các phản ứng là như sau: 30 phút ở nhiệt độ 120°C, tiếp theo là 180 phút ở nhiệt độ 135°C, sau đó nhiệt độ được gia tăng đến 150°C cho đến khi đạt được hàm lượng chất rắn bằng 70%.

Các mẫu polyme được thu nhận từ phản ứng thứ hai (tức là phản ứng B) trong các chảo nhôm. Các chảo nhôm được đặt trong lò chân không ở nhiệt độ 225°C trong 60 phút để loại bỏ toàn bộ styren chưa được phản ứng và dung môi. Đặc tính mẫu được loại bỏ các chất bay hơi được thử nghiệm. Các kết quả phân tích đối với các mẫu này, như độ trương nở, kích cỡ hạt, và lượng tuần hoàn, được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2

	Đối chứng	Phản ứng 1B	Mẫu 2B
Thể tích tuần hoàn (mL)	0	30	50
Độ trương nở (%)	14,7	13,9	12,3
Hàm lượng gel (%)	21,2	22,8	22,8
Kích cỡ hạt cao su (μm)	4,7	4,6	5,7
Độ rộng phân bố kích cỡ hạt cao su	34,1	4,4	67,6

Các kết quả từ các phản ứng này cho thấy mức độ thay đổi nhỏ về độ trương nở. Mặt khác, kích cỡ hạt cao su có xu hướng tăng do lượng tuần hoàn được gia tăng từ 30mL đến 50mL.

Hình ảnh của polyme ở độ phóng đại bằng 3000 lần và 5000 lần được thu thập bằng kính hiển vi điện tử truyền qua quét, Fig.3. Hạt cao su xuất hiện dưới dạng pha tối hơn. Phân tích hình ảnh được sử dụng để đo kích cỡ hạt cao su và đường kính miền được bật kín cũng như phân đoạn thể tích hạt cao su (RPVF). Các ảnh chụp kính hiển vi điện tử truyền qua quét được thể hiện Fig.3 cho thấy các miền được bật kín đồng nhất hơn được tạo ra trong sự có mặt của copolyme liên hợp. Trong trường hợp của phản ứng B, trong đó 50mL được chuyển, ảnh hưởng đến hình thái miền được bật kín là đáng kể hơn.

Ví dụ 2

Trong thử nghiệm sau, polystyren có độ bền chống va đập cao và hình thái được cải thiện của loại được bộc lộ trong sáng chế được sản xuất bằng quy trình liên tục bằng cách sử dụng hệ thống thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục và công thức nguyên liệu được mô tả trong Bảng 1. Các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm được thực hiện trong quy trình liên tục đánh giá bước nạp polyme liên hợp trong quá trình hình thành hạt cao su với mục đích cải thiện độ ổn định của nó và tăng cường hình thành hạt cao su đồng nhất hơn. Hai chiến lược khác nhau được đánh giá trong thử nghiệm này; (1) hỗn hợp phản ứng được thu nhận từ phản ứng trước đó được nạp vào nguyên liệu của phản ứng thứ hai và (2) vòng tuần hoàn giữa hai thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục.

Hệ thống thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục được sử dụng bao gồm hai thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục được nối bằng ống kim loại trong đó nguyên liệu được bổ sung liên tục ở tốc độ xác định. Hệ thống thiết bị phản ứng được thể hiện trên Fig.2. Tốc độ dòng được sử dụng được duy trì ở 6g/phút. Thể tích thiết bị phản ứng được duy trì không đổi ở 200mL trong thiết bị phản ứng thứ nhất; và 600mL trong thiết bị phản ứng thứ hai. Nhiệt độ được duy trì tương ứng ở 120°C và 135°C cho thiết bị phản ứng thứ nhất và thiết bị phản ứng thứ hai. Tổng hàm lượng cao su bằng 7% là tiêu chuẩn sau khi loại bỏ các chất bay hơi. Các mẫu polyme được thu nhận từ thiết bị phản ứng thứ hai trong các chảo nhôm sau 8 giờ vận hành liên tục thiết bị phản ứng. Các chảo nhôm được đặt vào lò sấy khí ở nhiệt độ 135°C qua

đem để đạt được tỷ lệ biến đổi bằng 70%. Sau đó, các mẫu được đặt vào lò chân không ở nhiệt độ 225°C trong 60 phút để loại bỏ toàn bộ styren và dung môi còn dư. Sau đó, các mẫu được loại bỏ các chất bay hơi được thử nghiệm về đặc tính vật lý và hình thái. Hình ảnh hình thái được chụp bằng kính hiển vi điện tử truyền qua quét được phân tích để xác định kích cỡ miền được bọc kín và kích cỡ hạt cao su được tạo ra.

Trong trường hợp của chiến lược thứ nhất, các phản ứng trong phòng thí nghiệm được kết thúc trong đó thể tích xác định của phản ứng được thu nhận ngay lập tức sau khi đảo ngược pha và được sử dụng trong nguyên liệu của phản ứng polyme hóa tiếp theo. Kết quả phân tích được thể hiện trong Bảng 3 cho thấy rằng kích cỡ hạt có xu hướng tăng trong phản ứng với 15% nguyên liệu được tạo ra trong khi hiệu ứng ngược lại được quan sát trong phản ứng với 25% nguyên liệu được tạo ra.

Trong polystyren có độ bền chống va đập cao, polyme liên hợp là cần thiết để ổn định pha liên phân tử giữa pha polystyren và pha polybutadien nhưng nồng độ cao của copolyme liên hợp cũng sẽ dẫn đến kích cỡ hạt cao su nhỏ hơn, được cho là xuất hiện trong thử nghiệm trong đó 25% nguyên liệu tuần hoàn được sử dụng.

Bảng 3

	Đối chứng	15% nguyên liệu	25% nguyên liệu
Độ trương nở (%)	11,3	14,0	11,9
Hàm lượng gel (%)	24,6	22,0	23,6
Kích cỡ hạt cao su (μm)	5,5	6,3	5,4
Độ rộng phân bố kích cỡ hạt cao su	22,4	7,3	25,7

Trong các thử nghiệm sau, chiến lược thứ hai, tỷ lệ bằng 5% và 10% được sử dụng làm lượng được tuần hoàn liên quan đến tốc độ dòng đơn vị, bằng 6g/phút. Các phản ứng được kiểm soát bằng cách đo % chất rắn và kích cỡ hạt cao su trong toàn bộ các thử nghiệm. Khi các phản ứng đạt được trạng thái ổn định, nguyên liệu được thu nhận và kết thúc trong lò và đạt được hàm lượng chất rắn cuối cùng bằng 70%. Các kết quả phân tích cho thấy rằng kích cỡ hạt cao su giảm khi lượng tuần hoàn được gia tăng. Các kết quả này được thể hiện trong Bảng 4. Hơn nữa, độ rộng phân bố kích cỡ hạt cao su cũng giảm cho thấy phân bố kích cỡ hạt cao su đồng nhất hơn.

Bảng 4

	Đối chứng	5% Tuần hoàn	10% Tuần hoàn
Độ trương nở (%)	10,1	10,0	11,0
Hàm lượng gel (%)	22,3	22,7	22,3
Kích cỡ hạt cao su (μm)	3,1	3,2	2,4
Độ rộng phân bố kích cỡ hạt cao su	1,3	1,2	1,1
Hàm lượng cao su (%)	7,2	7,1	7,0
Tỷ lệ gel/cao su	3,0	3,1	3,1

Phân tích kính hiển vi điện tử truyền qua quét được thực hiện để nghiên cứu ảnh hưởng đến hình thái mẫu. Ảnh chụp kính hiển vi điện tử truyền qua quét kiểm chứng dữ liệu Malvern trong đó kích cỡ hạt cao su và độ rộng phân bố kích cỡ hạt cao su giảm khi lượng tuần hoàn được gia tăng. Từ ảnh chụp kính hiển vi điện tử truyền qua quét, các hạt cao su đồng nhất hơn có thể được quan sát khi lượng tuần hoàn được gia tăng. Hiệu ứng này là kết quả của lượng polyme liên hợp cao hơn có mặt trong quá trình đảo ngược pha yêu cầu pha nội phân tử polystyren-polybutadien lớn hơn tăng cường nhiều hạt cao su và nhỏ hơn. Ngoài ra, hình thái miền được bịt kín dường như được làm chặt cũng như kích cỡ hạt cao su trở nên nhỏ hơn.

Để đánh giá ảnh hưởng của dòng tuần hoàn đến hình thái mẫu, các ảnh chụp kính hiển vi điện tử truyền qua quét được phân tích, xem Fig.4. Dữ liệu được thu nhận từ phân tích này được thể hiện trong Bảng 5 và dữ liệu này đã kiểm chứng được kích cỡ hạt cao su và chiều dài miền được bịt kín giảm khi % tuần hoàn tăng. Mặt khác, độ lệch chuẩn giảm cũng được quan sát thấy cho thấy phân bố kích cỡ hạt hẹp hơn. Hiệu ứng này là đáng kể hơn trong trường hợp của kích cỡ miền được bịt kín như được giảm từ 0,460 đến 0,065.

Bảng 5

Tuần hoàn	Kích cỡ hạt cao su		Miền được bịt kín		RPVF
(%)	Kích cỡ (μm)	σ	Kích cỡ (μm)	σ	(%)
0	1,005	0,562	0,254	0,460	32,01
5	0,864	0,635	0,215	0,114	31,76
10	0,714	0,356	0,184	0,065	34,27

Các thử nghiệm này đã kiểm chứng được rằng polyme liên hợp phát triển sau khi đảo ngược pha có thể được sử dụng làm phương tiện để tạo ra phân bố kích cỡ hạt cao su đồng nhất hơn. Mối tương quan giữa phân bố kích cỡ hạt cao su hẹp hơn và % tuần hoàn cao hơn

được kiểm chứng bằng ảnh chụp kính hiển vi điện tử truyền qua quét do các hạt cao su đồng nhất hơn có thể được quan sát khi lượng tuần hoàn được gia tăng. Hiệu ứng này được cho là kết quả của lượng polyme liên hợp cao hơn có mặt trong quá trình đảo ngược pha yêu cầu pha nội phân tử polystyren-polybutadien lớn hơn tăng cường nhiều hạt cao su và nhỏ hơn. Hiệu ứng tương tự được quan sát trong trường hợp của miền được bịt kín.

Các phương án bổ sung

1. Quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao bao gồm bước nạp vào thiết bị phản ứng hỗn hợp được polyme hóa một phần chứa ít nhất một monome vinyl thơm, chất đàn hồi và monome vinyl thơm đã được phản ứng trong đó hỗn hợp được polyme hóa một phần chưa trải qua quá trình đảo ngược pha; polyme hóa hỗn hợp được polyme hóa một phần trong thiết bị phản ứng đến thời điểm đảo ngược pha để tạo ra hỗn hợp được đảo ngược pha; xả vào một thiết bị phản ứng khác ít nhất một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha; và thu hồi một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha trong đó một phần được thu hồi này của hỗn hợp được đảo ngược pha chứa polystyren có độ bền chống va đập cao.

2. Quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao bao gồm các bước sau: nạp vào thiết bị phản ứng hỗn hợp được polyme hóa một phần chứa ít nhất một monome vinyl thơm, chất đàn hồi và monome vinyl thơm đã được phản ứng trong đó hỗn hợp được polyme hóa một phần chưa trải qua quá trình đảo ngược pha; polyme hóa hỗn hợp được polyme hóa một phần trong thiết bị phản ứng đến thời điểm đảo ngược pha để tạo ra hỗn hợp được đảo ngược pha; nạp vào một thiết bị phản ứng khác một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha; và thu hồi một phần khác của hỗn hợp được đảo ngược pha, trong đó hỗn hợp được đảo ngược pha chứa polystyren có độ bền chống va đập cao.

3. Quy trình theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 2, trong đó monome vinyl thơm là styren, styren được thể, styren không được thể hoặc tổ hợp bất kỳ của chúng.

4. Quy trình theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 3, trong đó chất đàn hồi là polyme của butadien.

5. Quy trình theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 4, trong đó hỗn hợp phản ứng thứ nhất còn chứa chất hoạt hóa gốc tự do, chất chuyển chuỗi hoặc tổ hợp bất kỳ của chúng.

6. Quy trình theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 5, trong đó thiết bị phản ứng là thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục, thiết bị phản ứng dòng chảy cả khối, hoặc tổ hợp bất kỳ của chúng.

7. Quy trình theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 6, trong đó ít nhất một phần của hỗn hợp phản ứng được vận chuyển từ cửa xả của thiết bị phản ứng đến cửa nạp của một thiết bị phản ứng khác.

8. Quy trình theo phương án 7, trong đó ít nhất một phần của hỗn hợp phản ứng được vận chuyển ở tốc độ nằm trong khoảng từ 1% thể tích của thiết bị phản ứng thứ nhất tính trên một phút đến 20% thể tích của thiết bị phản ứng thứ nhất tính trên một phút.

9. Quy trình theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 8, trong đó ít nhất một phần của hỗn hợp phản ứng được vận chuyển dưới dạng dòng xả liên tục.

10. Quy trình theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 9, trong đó polystyren có độ bền chống va đập cao này có độ trương nở nằm trong khoảng từ 5% đến 30%.

11. Quy trình theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 10, trong đó polystyren có độ bền chống va đập cao này có kích cỡ hạt cao su nằm trong khoảng từ 1µm đến 10µm.

12. Quy trình theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 11, trong đó polystyren có độ bền chống va đập cao này có phân bố kích cỡ hạt cao su nhỏ hơn khoảng 1,5.

13. Quy trình theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 1 đến 12, trong đó polystyren có độ bền chống va đập cao này có các miền được bọc kín có kích cỡ nằm trong khoảng từ 0,1µm đến 2µm.

14. Quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao bao gồm bước nạp vào thiết bị phản ứng thứ nhất hỗn hợp được polyme hóa một phần chứa ít nhất một monome vinyl

thơm, chất đàn hồi và monome vinyl thơm đã được phản ứng trong đó hỗn hợp được polyme hóa một phần chưa trải qua quá trình đảo ngược pha; polyme hóa hỗn hợp được polyme hóa một phần trong thiết bị phản ứng thứ nhất đến thời điểm đảo ngược pha để tạo ra hỗn hợp được đảo ngược pha; nạp vào thiết bị phản ứng thứ hai một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha từ thiết bị phản ứng thứ nhất, trong đó thiết bị phản ứng thứ hai được bố trí phía sau thiết bị phản ứng thứ nhất; và thu hồi một phần khác của hỗn hợp được đảo ngược pha, trong đó một phần khác được thu hồi này của hỗn hợp được đảo ngược pha chứa polystyren có độ bền chống va đập cao.

15. Hệ thống thiết bị phản ứng sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao, bao gồm thiết bị phản ứng thứ nhất dạng thùng khuấy liên tục có (a) cửa nạp được tạo kết cấu để tiếp nhận (i) ít nhất một monome vinyl thơm, (ii) chất đàn hồi, và (iii) chất hoạt hóa gốc tự do và (b) cửa xả được tạo kết cấu để vận chuyển dòng chảy ra của thiết bị phản ứng thứ nhất; thiết bị phản ứng thứ hai dạng thùng khuấy liên tục có (a) cửa nạp được nối lưu với cửa xả của thiết bị phản ứng thứ nhất dạng thùng khuấy liên tục và được tạo kết cấu để tiếp nhận (i) một phần của dòng chảy ra của thiết bị phản ứng thứ nhất từ thiết bị phản ứng thứ nhất dạng thùng khuấy liên tục, (ii) ít nhất một monome vinyl thơm, (iii) chất đàn hồi, và (iv) chất hoạt hóa gốc tự do và (b) cửa xả được tạo kết cấu để vận chuyển một phần của dòng chảy ra của thiết bị phản ứng thứ hai bao gồm polystyren có độ bền chống va đập cao; và (c) đường ống dẫn để thiết lập dòng tuần hoàn giữa thiết bị phản ứng thứ hai và thiết bị phản ứng thứ nhất trong đó dòng tuần hoàn chứa một phần khác của dòng chảy ra của thiết bị phản ứng thứ hai.

16. Hệ thống thiết bị phản ứng theo phương án 15, trong đó thiết bị phản ứng thứ nhất dạng thùng khuấy liên tục được bố trí thẳng đứng với cửa nạp ở đỉnh và cửa xả ở đáy.

17. Hệ thống thiết bị phản ứng theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 15 đến 16, trong đó monome vinyl thơm là styren, styren được thể, styren không được thể hoặc tổ hợp bất kỳ của chúng.

18. Hệ thống thiết bị phản ứng theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 15 đến 17, trong đó chất đàn hồi là polyme của butadien.

19. Hệ thống thiết bị phản ứng theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 15 đến 18, trong đó dòng tuần hoàn từ thiết bị phản ứng thứ hai dạng thùng khuấy liên tục được vận chuyển đến thiết bị phản ứng thứ nhất dạng thùng khuấy liên tục ở tốc độ nằm trong khoảng từ 0,1% thể tích của thiết bị phản ứng thứ hai dạng thùng khuấy liên tục tính trên một phút đến 20% thể tích của thiết bị phản ứng thứ hai dạng thùng khuấy liên tục tính trên một phút.

20. Hệ thống thiết bị phản ứng theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 15 đến 19, trong đó polystyren có độ bền chống va đập cao này có kích cỡ hạt cao su nằm trong khoảng từ 1 μ m đến 10 μ m.

21. Hệ thống thiết bị phản ứng theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 15 đến 20, trong đó polystyren có độ bền chống va đập cao này có phân bố kích cỡ hạt cao su nhỏ hơn khoảng 1,5.

22. Hệ thống thiết bị phản ứng theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 15 đến 21, trong đó polystyren có độ bền chống va đập cao này có các miền được bịt kín có kích cỡ nằm trong khoảng từ 0,1 μ m đến 2 μ m.

23. Hệ thống thiết bị phản ứng theo phương án bất kỳ trong số các phương án từ 15 đến 22, trong đó hệ thống này còn bao gồm một hoặc nhiều thiết bị phản ứng dòng tuyến tính bổ sung để tiếp nhận ít nhất một phần của dòng chảy ra của thiết bị phản ứng thứ hai.

Mặc dù các khía cạnh của sáng chế đã được mô tả, nhưng các cải biến của các khía cạnh này có thể được tạo ra bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này mà không nằm ngoài phạm vi của sáng chế. Các khía cạnh nêu trên chỉ nhằm mục đích minh họa chứ không giới hạn phạm vi của sáng chế. Nhiều biến đổi và cải biến có thể được tạo ra và nằm trong phạm vi của sáng chế. Khi các khoảng trị số hoặc khoảng giới hạn trị số được bộc lộ cụ thể, thì các khoảng trị số hoặc khoảng giới hạn trị số đó phải được hiểu là bao gồm các khoảng lặp lại hoặc khoảng giới hạn có độ lớn tương tự nằm trong các khoảng trị số hoặc khoảng giới hạn trị số được bộc lộ cụ thể này ví dụ từ 1 đến 10 bao gồm, 2, 3, 4, v.v.; lớn hơn 0,10 bao gồm 0,11, 0,12, 0,13, v.v.). Việc sử dụng thuật ngữ “tùy ý” liên quan đến thành tố bất kỳ của bộ yêu cầu bảo hộ có nghĩa là thành tố này là bắt buộc, hoặc theo cách khác, là không bắt buộc. Cả hai lựa chọn thay thế này đều nằm trong phạm vi của bộ yêu cầu bảo hộ. Việc sử

dụng các thuật ngữ rộng hơn như chứa, bao gồm, có, v.v. cần được hiểu để cung cấp hỗ trợ cho các thuật ngữ hẹp hơn như cấu thành từ, cấu thành chủ yếu từ, chủ yếu chứa, v.v. Theo đó, phạm vi của sáng chế không chỉ giới hạn ở phần mô tả nêu trên mà chỉ bị giới hạn bởi bộ yêu cầu bảo hộ kèm theo, phạm vi đó bao gồm toàn bộ các vấn đề tương đương của đối tượng của bộ yêu cầu bảo hộ. Mỗi và mọi yêu cầu bảo hộ đều được đưa vào bản mô tả dưới dạng một khía cạnh của sáng chế. Do đó, bộ yêu cầu bảo hộ là phần mô tả thêm và bổ sung cho các khía cạnh của sáng chế. Việc thảo luận về một tài liệu tham khảo không phải là thừa nhận rằng tài liệu này là tình trạng kỹ thuật của sáng chế, đặc biệt là tài liệu tham khảo bất kỳ có thể có ngày công bố sau ngày ưu tiên của đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế này. Toàn bộ các bằng độc quyền sáng chế, đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế, và đơn công bố trích dẫn được kết hợp vào sáng chế bằng cách viện dẫn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao bao gồm các bước sau:

 nạp vào thiết bị phản ứng thứ nhất hỗn hợp được polyme hóa một phần chứa ít nhất một monome vinyl thơm, chất đàn hồi và monome vinyl thơm đã được phản ứng trong đó hỗn hợp được polyme hóa một phần chưa trải qua quá trình đảo ngược pha;

 polyme hóa hỗn hợp được polyme hóa một phần trong thiết bị phản ứng thứ nhất đến thời điểm đảo ngược pha để tạo ra hỗn hợp được đảo ngược pha;

 thu hồi một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha từ thiết bị phản ứng thứ nhất trong đó hỗn hợp được đảo ngược pha chứa polystyren có độ bền chống va đập cao; và

 nạp một phần khác của hỗn hợp được đảo ngược pha vào một thiết bị phản ứng khác trong đó một phần khác của hỗn hợp được đảo ngược pha chứa từ 1% thể tích đến 20% thể tích tính trên tổng thể tích của thiết bị phản ứng thứ nhất.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó monome vinyl thơm là styren, styren được thể, styren không được thể hoặc tổ hợp bất kỳ của chúng.

3. Quy trình theo điểm 1, trong đó chất đàn hồi là polyme của butadien.

4. Quy trình theo điểm 1, trong đó hỗn hợp được polyme hóa một phần còn chứa chất hoạt hóa gốc tự do, chất chuyển chuỗi hoặc tổ hợp bất kỳ của chúng.

5. Quy trình theo điểm 1, trong đó thiết bị phản ứng thứ nhất là thiết bị phản ứng dạng thùng khuấy liên tục, thiết bị phản ứng dòng chảy cả khối, hoặc tổ hợp bất kỳ của chúng.

6. Quy trình theo điểm 1, trong đó ít nhất một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha được vận chuyển từ cửa xả của thiết bị phản ứng đến cửa nạp của một thiết bị phản ứng khác.

7. Quy trình theo điểm 6, trong đó ít nhất một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha được vận chuyển ở tốc độ nằm trong khoảng từ 1% thể tích của thiết bị phản ứng thứ nhất tính trên một phút đến 20% thể tích của thiết bị phản ứng thứ nhất tính trên một phút.

8. Quy trình theo điểm 1, trong đó ít nhất một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha được vận chuyển dưới dạng dòng xả liên tục.

9. Quy trình theo điểm 1, trong đó polystyren có độ bền chống va đập cao này có độ trương nở nằm trong khoảng từ 5% đến 30%.

10. Quy trình theo điểm 1, trong đó polystyren có độ bền chống va đập cao này có kích cỡ hạt cao su nằm trong khoảng từ 1 μ m đến 10 μ m.

11. Quy trình theo điểm 1, trong đó polystyren có độ bền chống va đập cao này có phân bố kích cỡ hạt cao su nhỏ hơn khoảng 1,5.

12. Quy trình theo điểm 1, trong đó polystyren có độ bền chống va đập cao này có các miền được bọc kín có kích cỡ nằm trong khoảng từ 0,1 μ m đến 2 μ m.

13. Quy trình sản xuất polystyren có độ bền chống va đập cao bao gồm các bước sau:

 nạp vào thiết bị phản ứng thứ nhất hỗn hợp được polyme hóa một phần chứa ít nhất một monome vinyl thơm, chất đàn hồi và monome vinyl thơm đã được phản ứng trong đó hỗn hợp được polyme hóa một phần chưa trải qua quá trình đảo ngược pha;

 polyme hóa hỗn hợp được polyme hóa một phần trong thiết bị phản ứng thứ nhất đến thời điểm đảo ngược pha để tạo ra hỗn hợp được đảo ngược pha;

 nạp vào thiết bị phản ứng thứ hai một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha từ thiết bị phản ứng thứ nhất, trong đó thiết bị phản ứng thứ hai được bố trí phía sau thiết bị phản ứng thứ nhất trong đó một phần của hỗn hợp được đảo ngược pha chứa từ 1% thể tích đến 20% thể tích tính trên tổng thể tích của thiết bị phản ứng thứ nhất; và

 thu hồi một phần khác của hỗn hợp được đảo ngược pha, trong đó một phần khác được thu hồi này của hỗn hợp được đảo ngược pha chứa polystyren có độ bền chống va đập cao.

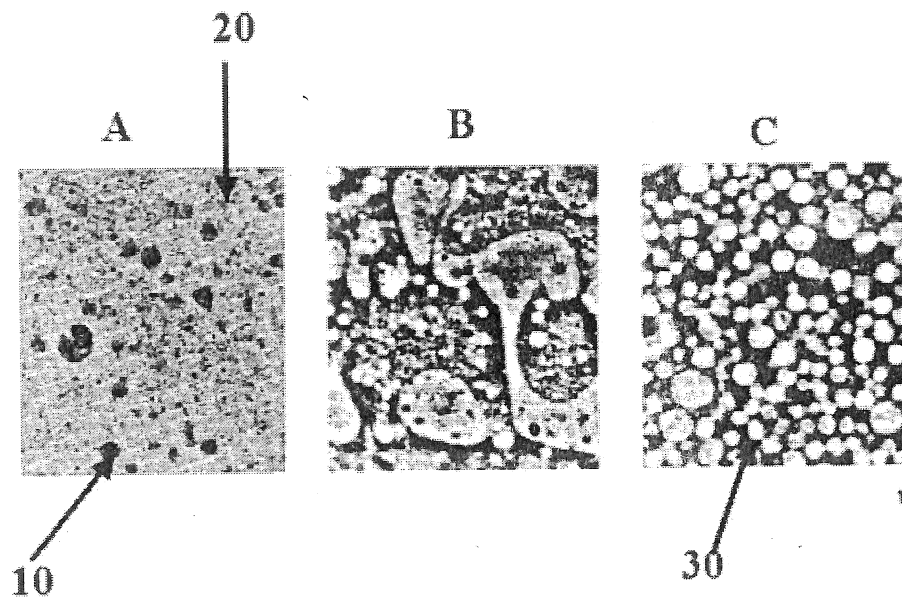
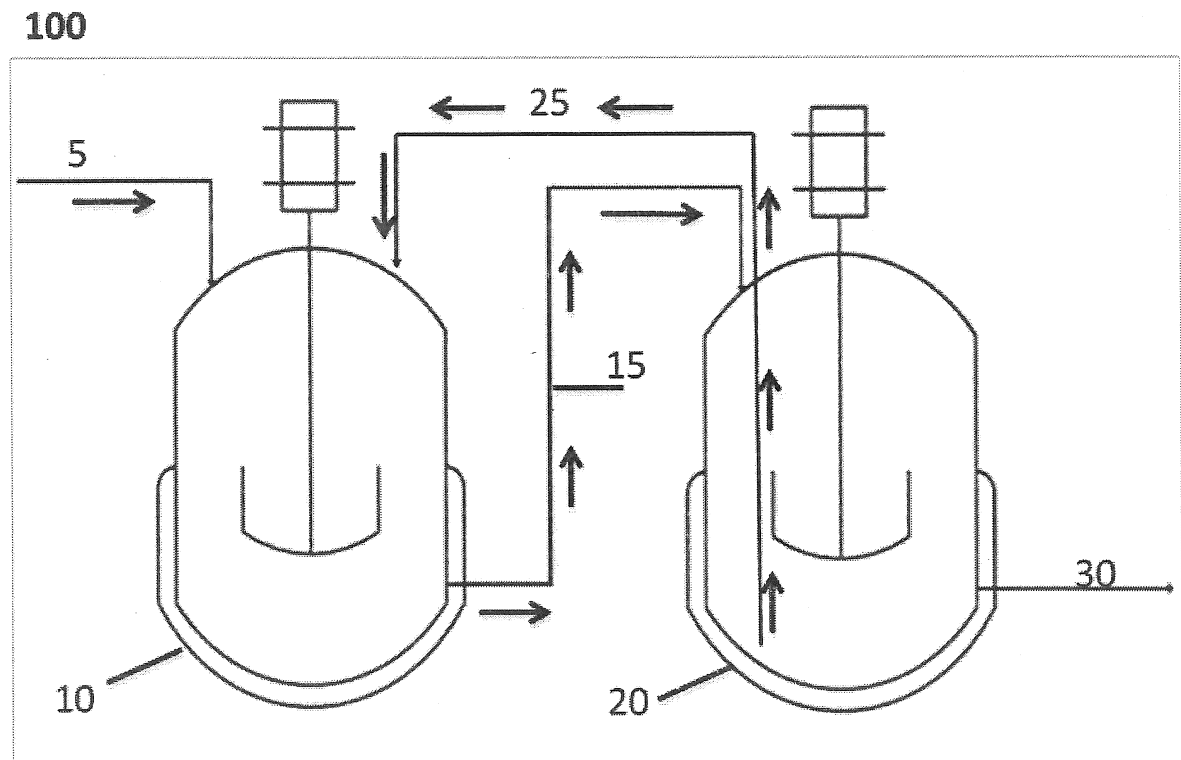
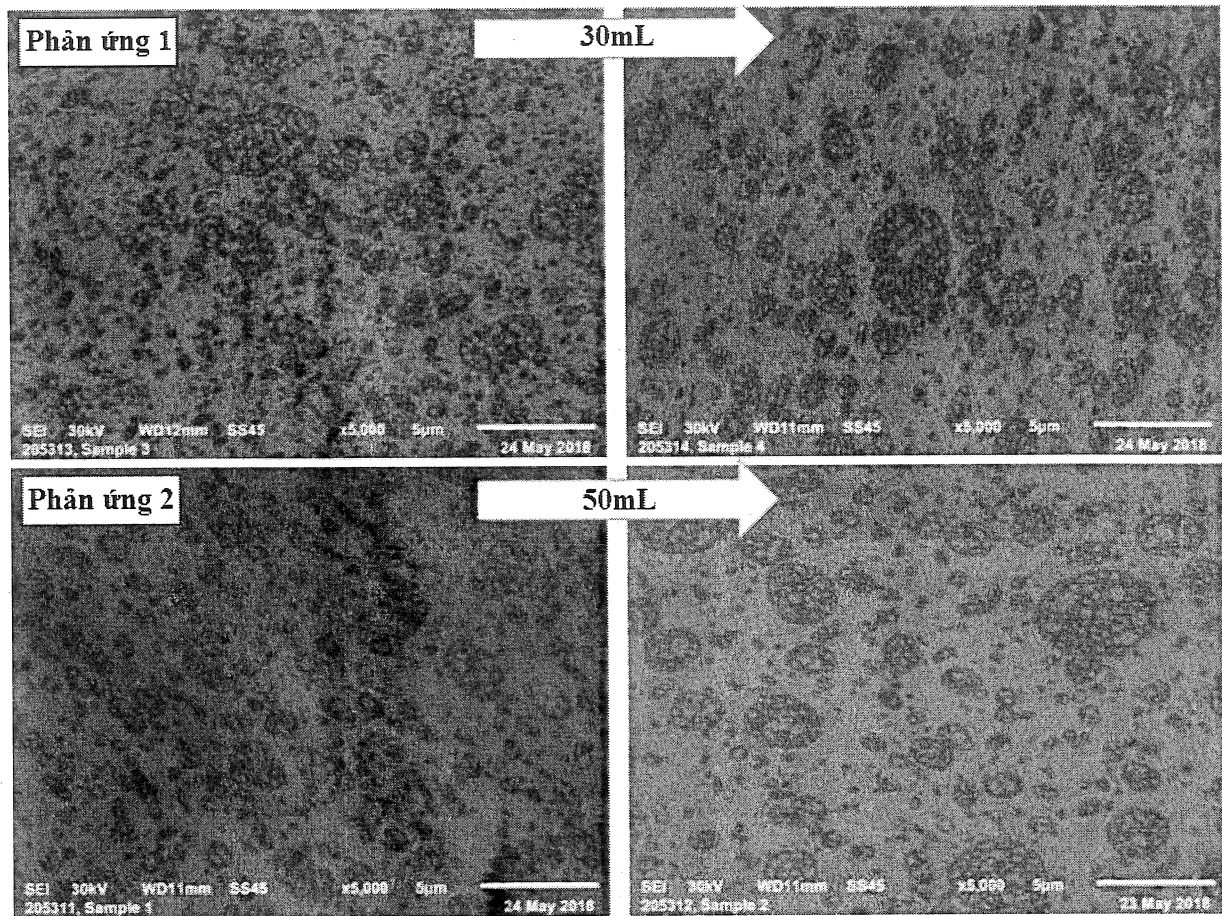
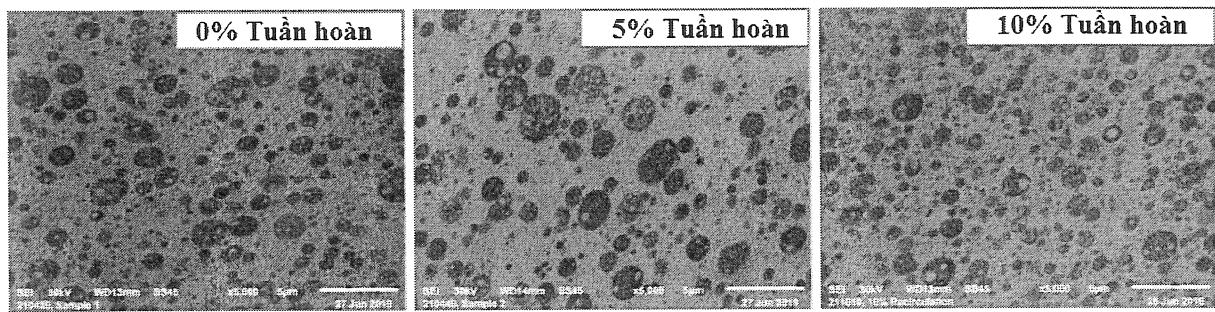


Fig.1

**Fig.2**

**Fig.3**

**Fig.4**