



(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)



1-0051697

(51)^{2018.01} C08G 59/62; C08G 59/42; C08K 3/36; (13) B
C08K 3/013; C08G 59/20

(21) 1-2018-04476

(22) 10/02/2017

(86) PCT/EP2017/052952 10/02/2017

(87) WO 2017/157591 21/09/2017

(30) 16160346.9 15/03/2016 EP

(45) 25/09/2025 450

(43) 25/12/2018 369A

(73) HUNTSMAN ADVANCED MATERIALS LICENSING (SWITZERLAND) GMBH
(CH)

Legal Services Department, Klybeckstrasse 200, 4057 Basel (CH)

(72) BEISELE, Christian (DE); WILBERS, Hubert (DE); BAER, Daniel (CH).

(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)

(54) QUY TRÌNH CHẾ TẠO CÁC HỆ THỐNG CÁCH ĐIỆN DÙNG TRONG KỸ
THUẬT ĐIỆN

(21) 1-2018-04476

(57) Sáng chế đề xuất quy trình chế tạo các hệ thống cách điện dùng trong kỹ thuật điện bằng cách đúc chân không, trong đó sử dụng chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần, chế phẩm nhựa này bao gồm:

(A) ít nhất một nhựa epoxy,

(B) ít nhất một chất hóa cứng anhydrit axit cacboxylic, và

(C) chất gia tốc hoá cứng gồm có 2,4,6-tris(dimetylaminometyl)phenol, trong đó

chế phẩm nhựa được điều chế bằng cách trộn các thành phần (A), (B), (C) và sau đó khử khí hỗn hợp bằng cách sử dụng chân không và gia nhiệt ở 40°C đến 80°C, và bao gồm 0,05 đến 2,0 phần theo khối lượng 2,4,6-tris(dimetylaminometyl)phenol dựa trên 100 phần theo khối lượng ít nhất một nhựa epoxy (A), trong đó ít nhất một nhựa epoxy (A) nêu trên là diglycidylete của bisphenol A, và trong đó

trong trường hợp có chứa chất phụ gia, chất phụ gia không phải là hợp chất béo chuỗi dài bao gồm polypropylen glycol diglycidyl este.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình chế tạo các hệ thống cách điện dùng trong kỹ thuật điện bằng cách gel hóa áp lực tự động (Automatic Pressure Gelation - APG) hoặc đúc chân không, trong đó sử dụng chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn nhiều thành phần. Các sản phẩm được bọc cách điện thu được từ quy trình theo sáng chế thể hiện các đặc tính cơ học, điện học, điện môi tốt và có thể được sử dụng làm, ví dụ, dụng cụ cách điện, ống cách điện, cuộn điện kháng lõi không khí, dụng cụ cách điện lõi rỗng, thiết bị đóng cắt và các máy biến áp đo lường.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các chế phẩm nhựa epoxy chứa các chất làm cứng anhydrit kết hợp với benzyldimethylamin (BDMA) làm chất gia tốc hóa cứng thường được sử dụng để chế tạo các hệ thống cách điện dùng trong kỹ thuật điện. Tuy nhiên, gần đây, BDMA đã bị phân loại là có độc (có dán nhãn đầu lâu và xương).

Ngoài ra, áp suất hơi tương đối cao của BDMA cần đến quy trình khử khí phức tạp hơn. Cả nhựa epoxy, anhydrit và chất độn đều được trộn trong bước thứ nhất và được khử khí dưới áp suất rất thấp sau đó thêm BDMA trong bước tiếp theo ở áp suất bình thường; sau đó, chế phẩm sau cùng được khử khí bằng cách sử dụng chân không ít mạnh hơn. Ngoài ra, tất cả các thành phần phải được trộn từ bước đầu tiên và việc khử khí phải được thực hiện bằng cách sử dụng chân không vừa phải vốn có thể gây nên phóng điện cục bộ.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Có thể tránh các nhược điểm nêu trên nếu thay thế BDMA bằng chất gia tốc ít độc hơn và ít bay hơi hơn, chẳng hạn như 1-metylimidazol. Tuy nhiên, tuổi thọ của các chế phẩm nhựa epoxy hóa cứng được chứa chất hóa cứng anhydrit và 1-metylimidazol làm chất xúc tác hóa cứng quá ngắn cho việc sử dụng trong quy trình APG hoặc đúc chân không. Hơn nữa, các sản phẩm đã hóa cứng cũng dễ bị hỏng do không đủ độ cứng.

Các tác giả sáng chế bất ngờ nhận thấy rằng có thể giải quyết thỏa đáng các vấn đề nêu trên nếu sử dụng nhựa epoxy kết hợp với chất làm cứng anhydrit và 2,4,6-tris(dimethylaminometyl)phenol (TDMAMP) trong quy trình APG hoặc đúc chân không.

Theo đó, sáng chế đề xuất quy trình chế tạo các hệ thống cách điện dùng trong kỹ thuật điện bằng cách gel hóa áp lực tự động (APG) hoặc đúc chân không, trong đó sử dụng chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần, chế phẩm nhựa này bao gồm:

- (A) ít nhất một nhựa epoxy,
- (B) ít nhất một chất hóa cứng anhydrit axit cacboxylic, và
- (C) 2,4,6-tris(dimethylaminometyl)phenol.

Mô tả chi tiết sáng chế

Thông thường, các hệ thống cách điện được chế tạo bằng các quy trình đúc, bọc, bao và nhúng chẳng hạn như đúc bằng trọng lực, đúc chân không, gel hóa áp lực tự động (APG), gel hóa áp lực chân không (VPG), ngâm, ngâm tẩm nhỏ giọt, đùn cán, cuốn dây tóc và quy trình tương tự.

Quy trình thông thường để chế tạo các hệ thống cách điện dùng trong kỹ thuật điện, chẳng hạn như dụng cụ cách điện epoxy nhựa đúc, là quy trình gel hóa áp lực tự động (APG). Quy trình APG cho phép chế tạo sản phẩm đúc được làm từ nhựa epoxy trong khoảng thời gian ngắn bằng cách làm hóa cứng và tạo dạng nhựa epoxy. Thông thường, thiết bị APG để thực hiện quy trình APG bao gồm một cặp khuôn (sau đây gọi là khuôn), bể trộn nhựa được nối với khuôn thông qua đường ống, và cơ cấu mở và đóng để mở và đóng khuôn.

Trước khi bơm chế phẩm nhựa epoxy hóa cứng được vào trong khuôn nóng, các thành phần của chế phẩm hóa cứng được chứa nhựa epoxy và chất hóa cứng phải được chuẩn bị để bơm.

Đối với hệ thống nạp trước, tức là hệ thống bao gồm các thành phần đã chứa sẵn chất độn, cần phải khuấy các thành phần trong bể cấp trong khi gia nhiệt để ngăn chặn lắng đọng và thu được chế phẩm đồng nhất. Sau khi đồng nhất hóa, các thành phần được

kết hợp lại và chuyển vào trong máy trộn và được trộn ở nhiệt độ tăng và áp suất giảm để khử khí chế phẩm. Sau đó, hỗn hợp đã khử khí được bơm vào trong khuôn nóng.

Đối với hệ thống không phải là nạp trước, thành phần nhựa epoxy và thành phần chất hóa cứng thường được trộn riêng rẽ với chất độn ở nhiệt độ tăng và áp suất giảm để tạo ra tiền hỗn hợp gồm nhựa và chất hóa cứng. Ngoài ra, có thể bổ sung trước các chất phụ gia khác. Trong bước tiếp theo, hai thành phần được kết hợp lại để tạo ra hỗn hợp phản ứng cuối cùng, thường bằng cách trộn ở nhiệt độ tăng và áp suất giảm. Sau đó, bơm hỗn hợp đã khử khí vào trong khuôn.

Trong quy trình APG thông thường, thanh dẫn kim loại hay chi tiết chèn, mà đã được gia nhiệt trước và làm khô, được đặt vào trong khuôn được bố trí trong buồng chân không. Sau khi đóng khuôn bằng cơ cấu mở và đóng, chế phẩm nhựa epoxy được bơm vào trong khuôn từ cửa nạp được bố trí tại đáy khuôn bằng cách đặt áp suất vào bể trộn nhựa. Trước khi bơm, chế phẩm nhựa thường được giữ ở nhiệt độ vừa phải từ 40 đến 60°C để đảm bảo tuổi thọ thích hợp (thời gian có thể sử dụng của nhựa epoxy), trong khi vẫn giữ nhiệt độ khuôn quanh mức 120°C hoặc hơn để thu được các sản phẩm đúc trong thời gian ngắn hợp lý. Sau khi bơm chế phẩm nhựa epoxy vào trong khuôn nóng, chế phẩm nhựa hóa cứng trong khi giữ áp suất đặt vào nhựa epoxy trong bể trộn nhựa ở xung quanh mức 0,1 đến 0,5 MPa.

Có thể sản xuất thuận lợi các sản phẩm đúc lớn được làm từ trên 10kg nhựa bằng quy trình APG trong khoảng thời gian ngắn, ví dụ, từ 20 đến 60 phút. Thông thường, sản phẩm đúc lấy ra khỏi khuôn được hóa cứng sau trong lò hóa cứng riêng biệt để hoàn thành phản ứng của nhựa epoxy.

Nhựa epoxy (A) là hợp chất chứa ít nhất một nhóm epoxy lân cận, tốt hơn là nhiều hơn một nhóm epoxy lân cận, ví dụ, hai hay ba nhóm epoxy lân cận. Nhựa epoxy có thể là no hoặc chưa no, béo, vòng béo, thơm hoặc dị vòng và có thể được thế. Nhựa epoxy cũng có thể là hợp chất monome hoặc polyme. Có thể tìm thấy tổng quan về các nhựa epoxy hữu ích để sử dụng trong sáng chế, ví dụ, trong tài liệu Lee, H. and Neville, Handbook of Epoxy Resins, McGraw-Hill Book Company, New York (1982).

Các nhựa epoxy, được sử dụng trong các phương án bộc lộ ở đây dùng cho thành phần (A) theo sáng chế, có thể thay đổi và bao gồm các nhựa epoxy thông thường và

sẵn có trên thị trường, có thể sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp hai hay nhiều loại. Khi chọn các nhựa epoxy dùng cho các chế phẩm được bọc lợp ở đây, không nên chỉ xem xét đến các đặc tính của sản phẩm cuối cùng, mà còn chú ý đến cả độ nhớt và các đặc tính khác có thể ảnh hưởng đến việc xử lý chế phẩm nhựa.

Các nhựa epoxy đặc biệt thích hợp được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực biết đến đều dựa trên các sản phẩm phản ứng giữa các rượu đa chức, phenol, axit vòng béo cacboxylic, amin thơm, hoặc aminophenol với epichlorhydrin.

Các ví dụ về rượu béo có thể xem xét cho phản ứng với epichlorhydrin để tạo ra các polyglycidyl ete là etylen glycol và các poly(oxyetylen)glycol chẳng hạn như dietylen glycol và trietylen glycol, propylen glycol và các poly(oxypropylen)-glycol, propan-1,3-diol, butan-1,4-diol, pentan-1,5-diol, hexan-1,6-diol, hexan-2,4,6-triol, glyxerol, 1,1,1-trimetylpropan, và pentaerythritol.

Các ví dụ về rượu vòng béo có thể xem xét cho phản ứng với epichlorhydrin để tạo ra các polyglycidyl ete thích hợp là 1,4-xyclohexanediol (quinitol), 1,1-bis(hydroxymetyl)xyclohex-3-en, bis(4-hydroxyxyclohexyl)metan và 2,2-bis(4-hydroxyxyclohexyl)-propan.

Các ví dụ về rượu chứa nhân thơm có thể xem xét cho phản ứng với epichlorhydrin để tạo ra các polyglycidyl ete thích hợp là N,N-bis-(2-hydroxyetyl)anilin và 4,4'-bis(2-hydroxyetyl-amino)diphenylmetan.

Tốt hơn là các polyglycidyl ete được dẫn xuất từ các chất chứa hai hay nhiều nhóm hydroxy phenolic trong mỗi phân tử, ví dụ các nhựa resorxinol, catechol, hydroquinon, bis(4-hydroxyphenyl)metan (bisphenol F), 1,1,2,2-tetrakis(4-hydroxyphenyl)etan, 4,4'-dihydroxydiphenyl, bis(4-hydroxyphenyl)sulphon (bisphenol S), 1,1-bis(4-hydroxyphenyl)-1-phenyl etan (bisphenol AP), 1,1-bis(4-hydroxyphenyl)etylen (bisphenol AD), phenol-formandehyt hoặc nhựa cresol-formandehyt novolac, 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan (bisphenol A), và 2,2-bis(3,5-dibromo-4-hydroxyphenyl)propan.

Một vài phương án không giới hạn khác bao gồm, ví dụ, triglycidyl ete của các para-aminophenol. Cũng có thể sử dụng hỗn hợp gồm hai hay nhiều nhựa epoxy.

Thành phần nhựa epoxy (A) có thể sẵn có trên thị trường hoặc có thể được điều chế theo các quy trình đã biết. Các sản phẩm sẵn có trên thị trường là, ví dụ, D.E.R. 330, D.E.R. 331, D.E.R.332, D.E.R. 334, D.E.R. 354, D.E.R. 580, D.E.N. 431, D.E.N. 438, D.E.R. 736, hoặc D.E.R. 732 từ The Dow Chemical Company, hoặc ARALDITE® MY 740 hay ARALDITE® CY 228 từ Huntsman Corporation.

Lượng nhựa epoxy (A) trong chế phẩm cuối cùng là, ví dụ, từ 30 phần trăm khối lượng (wt %) đến 92 wt %, trên tổng khối lượng các thành phần (A) và (B) trong chế phẩm. Theo một phương án, lượng nhựa epoxy (A) là, ví dụ, từ 45 wt % đến 87 wt %, trên tổng khối lượng các thành phần (A) và (B). Theo phương án khác, lượng nhựa epoxy (A) là, ví dụ, từ 50 wt % đến 82 wt %, trên tổng khối lượng các thành phần (A) và (B).

Theo phương án ưu tiên của sáng chế, nhựa epoxy (A) là diglycidyl ete của bisphenol A hoặc nhựa epoxy vòng béo.

Theo phương án ưu tiên khác, nhựa epoxy (A) là diglycidyl ete của bisphenol A.

Về nguyên lý, tất cả các anhydrit của axit cacboxylic hai chức hoặc nhiều hơn có thể thích hợp làm các chất hóa cứng (B), như các anhydrit polyme béo mạch thẳng, ví dụ polyanhydrit của axit polysebacic hoặc polyanhydrit của axit polyazelaic hoặc các anhydrit của axit cacboxylic vòng, chất ở sau được ưu tiên hơn.

Các anhydrit của axit carboxylic vòng tốt hơn là các anhydrit đơn vòng béo hoặc đa vòng béo, các anhydrit thơm hoặc các anhydrit đã clo hóa hoặc brom hóa.

Các ví dụ về anhydrit đơn vòng béo gồm anhydrit succinic, anhydrit xitraconic, anhydrit itaconic, các anhydrit succinic đã thế alkenyl, anhydrit dodexenylsuccinic, anhydrit maleic và anhydrit tricarbalic.

Các ví dụ về anhydrit đa vòng béo gồm sản phẩm cộng anhydrit maleic của methylcyclopentadien, anhydrit nadic, sản phẩm cộng axit linolic của anhydrit maleic, anhydrit endoalkylentetrahydrophthalic đã alkyl hóa, anhydrit tetrahydrophthalic, anhydrit metyltetrahydrophthalic, hỗn hợp đồng phân của hai chất ở sau là đặc biệt thích hợp. Ngoài ra, được ưu tiên là anhydrit hexahydrophthalic.

Các ví dụ về các anhydrit thơm gồm dianhydrit pyromelitic, anhydrit pyromelitic và anhydrit phthalic.

Các ví dụ về anhydrit đã clo hóa và brom hóa gồm anhydrit tetraclophtalic, anhydrit tetrabromphtalic, anhydrit diclomaleic và anhydrit clorendic.

Tốt hơn là, sử dụng các anhydrit của axit dicarboxylic dạng lỏng hoặc dễ nóng chảy trong chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần theo sáng chế.

Được đặc biệt ưu tiên là các chế phẩm chứa anhydrit phtalic, anhydrit tetrahydrophthalic, anhydrit metyltetrahydrophthalic, anhydrit hexahydrophthalic hoặc anhydrit metylhexahydrophthalic làm chất hóa cứng anhydrit axit cacboxylic (B).

Tỷ lệ giữa anhydrit của axit cacboxylic (B) và chất gia tốc TDMAMP (C) được sử dụng sẽ phụ thuộc vào các yếu tố chẳng hạn như hàm lượng epoxit của nhựa epoxy được sử dụng, bản chất của chất hóa rắn anhydrit và các điều kiện hóa cứng có thể được sử dụng. Có thể dễ dàng xác định tỷ lệ tối ưu bằng thực nghiệm thông thường.

Thông thường, chế phẩm nhựa nhiệt rắn chứa các thành phần (A) và (B) với lượng từ 0,4 – 1,6 đương lượng anhydrit axit trên mỗi đương lượng epoxi, tốt hơn là từ 0,6 – 1,4 đương lượng anhydrit axit trên mỗi đương lượng epoxi, đặc biệt là từ 0,8 – 1,2 đương lượng anhydrit axit trên mỗi đương lượng epoxi.

Thực tế, chế phẩm nhựa nhiệt rắn chứa 0,05 – 3,0 phần theo khối lượng, tốt hơn là 0,1 – 2,0 phần theo khối lượng, tốt hơn nữa là 0,5 – 1,0 phần theo khối lượng 2,4,6-tris(dimethylaminometyl)phenol trên 100 phần theo khối lượng nhựa epoxy.

Chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần theo quy trình của sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều chất độn (D) thường được sử dụng để cách điện mà thường được chọn từ nhóm gồm bột kim loại, bột gỗ, bột kính, hạt thủy tinh, các oxit bán kim loại, các oxit kim loại, các hydroxit kim loại, các nitrua bán kim loại và nitrua kim loại, các cacbua bán kim và cacbua kim loại, cacbonat kim loại, sulfat kim loại và các khoáng vật tự nhiên hoặc tổng hợp.

Các chất độn được ưu tiên được chọn từ nhóm gồm cát thạch anh, bột thạch anh đã silan hóa, silic đioxit, nhôm oxit, titan oxit, ziriconi oxit, $Mg(OH)_2$, $Al(OH)_3$, dolomit $[CaMg(CO_3)_2]$, $Al(OH)_3$ đã silan hóa, $AlO(OH)$, silic nitrua, bo nitrua, nhôm nitrua, silic cacbua, bo cacbua, dolomit, đá phấn, $CaCO_3$, barit, thạch cao, hydromagiesit, zeolit,

đá tan, mica, cao lanh và volastonit. Đặc biệt được ưu tiên là volastonit, canxi cacbonat hoặc silic đioxit, cụ thể là bột silic đioxit.

Vật liệu độn có thể tùy ý được phủ bằng, ví dụ, silan hoặc siloxan đã được biết đến để phủ vật liệu độn, ví dụ như các dimetylsiloxan có liên kết ngang, hoặc các vật liệu phủ đã biết khác.

Lượng chất độn trong chế phẩm cuối cùng là, ví dụ, từ 30 phần trăm theo khối lượng (wt %) đến 75 wt %, trên tổng khối lượng chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn. Theo một phương án, lượng chất độn là, ví dụ, từ 40 wt % đến 75 wt %, trên tổng khối lượng chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn. Theo phương án khác, lượng chất độn là, ví dụ, từ 50 wt % đến 70 wt %, trên tổng khối lượng chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn. Theo phương án khác nữa, lượng chất độn là, ví dụ, từ 60 wt % đến 70 wt %, trên tổng khối lượng chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn.

Có thể chọn các phụ gia khác từ các chất hỗ trợ gia công để cải thiện các đặc tính lưu biến của nhựa hỗn hợp lỏng, các hợp chất kỵ nước gồm silic, chất làm ẩm/chất phân tán, chất dẻo hóa, chất pha loãng phản ứng hoặc không phản ứng, chất đàn hồi, chất gia tốc, chất chống oxi hóa, chất hấp thụ ánh sáng, chất nhuộm màu, chất làm chậm cháy, sợi và các phụ gia khác thường được sử dụng trong các ứng dụng điện. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực đều biết đến các phụ gia này.

Theo phương án ưu tiên, chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần được điều chế bằng cách trộn các thành phần (A), (B), (C) và tùy chọn (D) và sau đó khử khí hỗn hợp bằng cách dùng chân không. Áp suất thấp được sử dụng trong bước khử khí thường là 0,1 – 5,0 mbar, tốt hơn là 0,5 – 2,0 mbar.

Theo phương án ưu tiên khác, hỗn hợp chứa các thành phần (A), (B), (C) và tùy chọn (D) được gia nhiệt lên 40 – 80°C trước khi dùng chân không.

Sáng chế còn đề cập đến việc sử dụng chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần chứa

(A) ít nhất một nhựa epoxy

(B) ít nhất một chất hóa cứng anhydrit axit cacboxylic, và

(C) 2,4,6-tris(dimethylaminometyl)phenol

để chế tạo các hệ thống cách điện dùng trong kỹ thuật điện bằng cách gel hóa áp lực tự động (APG) hoặc đúc chân không.

Việc chế tạo các hệ thống cách điện dùng trong kỹ thuật điện thường được thực hiện bằng cách gel hóa áp lực tự động (APG) hoặc đúc chân không. Khi sử dụng các chế phẩm nhựa epoxy thông thường dựa trên việc hóa cứng anhydrit, các quy trình này thường bao gồm bước hóa cứng trong khuôn trong khoảng thời gian đủ để định hình chế phẩm nhựa epoxy thành các cấu trúc ba chiều không chảy cuối cùng, thường là lên đến 10 tiếng, và bước hóa cứng sau sản phẩm đã lấy khỏi khuôn ở nhiệt độ tăng để tạo ra các đặc tính vật lý và cơ học cuối cùng cho chế phẩm nhựa epoxy đã hóa cứng. Bước hóa cứng sau này có thể mất đến 30 tiếng tùy thuộc vào hình dạng và kích thước của sản phẩm.

Quy trình theo sáng chế hữu ích để chế tạo các sản phẩm bọc có các đặc tính cơ học, điện học và điện môi tốt.

Theo đó, sáng chế đề cập đến sản phẩm hệ thống cách điện thu được từ quy trình theo sáng chế. Nhiệt độ chuyển pha thủy tinh của sản phẩm nằm trong dải tương tự với các chế phẩm nhựa epoxy nhiệt rắn gốc anhydrit hóa cứng ở nhiệt độ cao đã biết.

Các ứng dụng khả dĩ của các sản phẩm hệ thống cách điện được chế tạo theo sáng chế gồm máy biến áp loại khô, đặc biệt là các cuộn dây đúc dùng cho các máy biến áp phân phối loại khô, cụ thể là các máy biến áp phân phối khô loại đúc chân không, mà bên trong cấu trúc nhựa có chứa vật dẫn điện; thiết bị cách điện trung áp và cao áp dùng cho các ứng dụng trong nhà và ngoài trời, chẳng hạn như các ứng dụng thiết bị ngắt điện hoặc chuyển mạch; ống cách điện trung áp và cao áp; chẳng hạn như cần cách điện dài bằng compozit và nắp cách điện và cả bộ đỡ cách điện dùng trong lưới điện trung áp, trong sản xuất thiết bị cách điện liên quan đến các thiết bị chuyển mạch điện ngoài trời, các bộ chuyển đổi đo lường điện, ống cách điện, và các thiết bị bảo vệ quá áp, trong việc chế tạo thiết bị đóng cắt, trong thiết bị chuyển mạch điện, và các máy điện, dùng làm vật liệu bọc cho tranzito và các linh kiện bán dẫn khác và/hoặc để thấm vào các trang bị điện.

Cụ thể, các sản phẩm được chế tạo theo các quy trình của sáng chế được sử dụng cho các ứng dụng đóng cắt trung áp và cao áp và máy biến áp đo lường (6 kV đến 72 kV).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau đây đóng vai trò minh họa cho sáng chế. Trừ khi có chỉ định khác, nhiệt độ được đưa ra là độ C, các phần là phần theo khối lượng và tỷ lệ phần trăm là tỷ lệ phần trăm theo khối lượng. Phần theo khối lượng là phần thể tích theo tỷ lệ kilogram trên lít.

Bảng 1: Các nguyên liệu ban đầu được sử dụng trong các ví dụ

Thành phần	Mô tả
ARALDITE® CY 228	diglycidylete của bisphenol A lỏng, độ nhớt thấp, hàm lượng epoxit 5,0 – 5,3 đương lượng/kg (nhà cung cấp: Huntsman, Thụy Sĩ)
ARADUR® HY 918	chất hóa cứng anhydrit lỏng dựa trên anhydrit metyltetrahydrophthalic và anhydrit metylhexahydrophthalic (nhà cung cấp: Huntsman, Thụy Sĩ)
ARADUR® HY 918-1	chất hóa cứng anhydrit lỏng dựa trên anhydrit metyltetrahydrophthalic (nhà cung cấp: Huntsman, Thụy Sĩ)
Chất gia tốc DY 062	benzyldimetylamin (BDMA, nhà cung cấp: Huntsman, Thụy Sĩ)
Chất gia tốc DY 070	1-metylimidazol (nhà cung cấp: Huntsman, Thụy Sĩ)
TDMAMP	2 4 6-tris(dimetylaminometyl)phenol (nhà cung cấp: Air Products)
MILLISIL® W 12	Bột silic đioxit (nhà cung cấp: Quarzwerke, Đức)
QZ 12	Chất trợ tháo khuôn, dầu silicon độ nhớt thấp (nhà cung cấp: Huntsman, Thụy Sĩ)

Ví dụ 1

Trộn 100g ARALDITE® CY 228 với 85g ARADUR® HY 918 và 0,7g TDMAMP trong bể chứa bằng thép gia nhiệt được. Gia nhiệt hỗn hợp lên khoảng 60°C trong khoảng 5 phút trong khi khuấy nhẹ bằng máy khuấy cánh quạt. Khi đang khuấy, thêm từng phần 345g silic đioxit W12 và gia nhiệt hỗn hợp lên 60°C trong khoảng 10 phút trong khi khuấy. Sau đó, dùng máy trộn và khử khí kỹ lưỡng bể chứa trong chân không (khoảng 1 phút). Độ phản ứng của hỗn hợp này được đo ở các nhiệt độ khác nhau sử dụng thiết bị định thời gel hóa GELNORM.

Đổ phần chính của hỗn hợp vào khuôn thép nóng 140°C (đã được xử lý bằng chất tháo khuôn QZ13) để lần lượt tạo ra các tấm dày 4mm hoặc 10mm (để xác định các đặc tính cơ học tương ứng với độ dẫn nhiệt). Sau đó, hóa cứng khuôn trong lò ở 140°C trong 10 giờ. Sau đó, lấy khuôn ra khỏi lò và mở khuôn ra và lấy các tấm 4mm ra và để nguội về nhiệt độ môi trường.

Ví dụ 2

Trộn 100g ARALDITE® CY 228 với 85g ARADUR® HY 918-1 và 0,7g TDMAMP trong bể chứa bằng thép gia nhiệt được. Gia nhiệt hỗn hợp lên khoảng 60°C trong khoảng 5 phút trong khi khuấy nhẹ bằng máy khuấy cánh quạt. Khi đang khuấy, thêm từng phần 345g silic đioxit W12 và gia nhiệt hỗn hợp lên 60°C trong khoảng 10 phút trong khi khuấy. Sau đó, dùng máy trộn và khử khí kỹ lưỡng bể chứa trong chân không (khoảng 1 phút). Độ phản ứng của hỗn hợp này được đo ở các nhiệt độ khác nhau sử dụng thiết bị định thời gel hóa GELNORM.

Đổ phần chính của hỗn hợp vào khuôn thép nóng 140°C (đã được xử lý bằng chất tháo khuôn QZ13) để lần lượt tạo ra các tấm dày 4mm hoặc 10mm (để xác định các đặc tính cơ học tương ứng với độ dẫn nhiệt). Sau đó, cho khuôn vào lò ở 140°C trong 10 giờ để hóa cứng. Sau đó, lấy khuôn ra khỏi lò và mở khuôn ra và lấy các tấm 4mm ra và để nguội về nhiệt độ môi trường.

Ví dụ so sánh 1

Trộn 100g ARALDITE® CY 228 với 85g ARADUR® HY 918 và 0,8g DY 062 trong bể chứa bằng thép gia nhiệt được. Gia nhiệt hỗn hợp lên khoảng 60°C trong

khoảng 5 phút trong khi khuấy nhẹ bằng máy khuấy cánh quạt. Khi đang khuấy, thêm từng phần 345g silic đioxit W12 và gia nhiệt hỗn hợp lên 60°C trong khoảng 10 phút trong khi khuấy. Sau đó, dùng máy trộn và khử khí kỹ lưỡng bể chứa trong chân không (khoảng 1 phút).

Độ phản ứng của hỗn hợp này được đo ở các nhiệt độ khác nhau sử dụng thiết bị định thời gel hóa GELNORM.

Đổ phần chính của hỗn hợp vào khuôn thép nóng 140°C (đã được xử lý bằng chất tháo khuôn QZ13) để lần lượt tạo ra các tấm dày 4mm hoặc 10mm (để xác định các đặc tính cơ học tương ứng với độ dẫn nhiệt). Sau đó, khuôn được cho vào lò ở 140°C trong 10 giờ. Sau đó, lấy khuôn ra khỏi lò và mở khuôn ra và lấy các tấm 4mm ra và để nguội về nhiệt độ môi trường.

Ví dụ so sánh 2

Trộn 100g ARALDITE®CY 228 với 85g ARADUR® HY 918-1 và 0,8g DY 062 trong bể chứa bằng thép gia nhiệt được. Gia nhiệt hỗn hợp lên khoảng 60°C trong khoảng 5 phút trong khi khuấy nhẹ bằng máy khuấy cánh quạt. Khi đang khuấy, thêm từng phần 345g silic đioxit W12 và gia nhiệt hỗn hợp lên 60°C trong khoảng 10 phút trong khi khuấy. Sau đó, dùng máy trộn và khử khí kỹ lưỡng bể chứa trong chân không (khoảng 1 phút). Độ phản ứng của hỗn hợp này được đo ở các nhiệt độ khác nhau sử dụng thiết bị định thời gel hóa GELNORM.

Đổ phần chính của hỗn hợp vào khuôn thép nóng 140°C (đã được xử lý bằng chất tháo khuôn QZ13) để lần lượt tạo ra các tấm dày 4mm hoặc 10mm (để xác định các đặc tính cơ học tương ứng với độ dẫn nhiệt). Sau đó, khuôn được cho vào lò ở 140°C trong 10 giờ. Sau đó, lấy khuôn ra khỏi lò và mở khuôn ra và lấy các tấm 4mm ra và để nguội về nhiệt độ môi trường.

Ví dụ so sánh 3

Trộn 100g ARALDITE® CY 228 với 85g ARADUR® HY 918 và 1g DY 070 trong bể chứa bằng thép gia nhiệt được. Gia nhiệt hỗn hợp lên khoảng 60°C trong khoảng 5 phút trong khi khuấy nhẹ bằng máy khuấy cánh quạt. Khi đang khuấy, thêm từng phần 345g silic đioxit W12 và gia nhiệt hỗn hợp lên 60°C trong khoảng 10 phút trong khi khuấy. Sau đó, dùng máy trộn và khử khí kỹ lưỡng bể chứa trong chân không

(khoảng 1 phút). Độ phản ứng của hỗn hợp này được đo ở các nhiệt độ khác nhau sử dụng thiết bị định thời gel hóa GELNORM.

Đổ phần chính của hỗn hợp vào khuôn thép nóng 140°C (đã được xử lý bằng chất tháo khuôn QZ13) để lần lượt tạo ra các tấm dày 4mm hoặc 10mm (để xác định các đặc tính cơ học tương ứng với độ dẫn nhiệt). Sau đó, khuôn được cho vào lò ở 140°C trong 10 giờ. Sau đó, lấy khuôn ra khỏi lò và mở khuôn ra và lấy các tấm 4mm ra và để nguội về nhiệt độ môi trường.

Bảng 2: Các chế phẩm và kết quả thử nghiệm

Thành phần	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
ARALDITE® CY 228	100g	100g	100g	100g	100g
ARADUR® HY 918	85g		85g		85g
ARADUR® HY 918-1		85g		85g	
DY 062			0,8g	0,8g	
DY 070					1,0g
TDMAMP	0,7g	0,7g			
W12	345g	345g	345g	345g	345g
Thời gian gel hóa ở 140°C	4 phút 30 giây	4 phút 30 giây	4 phút 20 giây	4 phút 30 giây	3 phút 20 giây
T _g /°C	117	111	115	117	120
Độ bền kéo/MPa	82	80	85	77	
Độ giãn tại điểm gãy	1,00 %	0,90 %	0,85 %	0,90 %	
Độ bền uốn/MPa	119	116	120	122	100,6
K _{IC} /MPa·√m	2,10	2,30	2,05	2,10	1,92
G _{IC} /J/m ²	343	377	350	343	316
CTE	33,2	34,9	33,1	37,2	
TC/W/mK	1,02	1,05	0,95	0,99	
SCT/°C	-39	-18	-21	0	
Áp suất hơi/mbar	0,001	0,001	3,0	3,0	0,5

T_g (nhiệt độ chuyển pha thủy tinh) được xác định theo ISO 6721/94.

Độ bền kéo và độ giãn tại điểm gãy được xác định ở 23°C theo ISO R527.

Độ bền uốn được xác định ở 23°C theo ISO 178.

K_{IC} (hệ số cường độ ứng suất tới hạn) và G_{IC} (năng lượng phá vỡ riêng) được xác định ở 23°C bằng thử nghiệm xoắn đôi (phương pháp riêng của Huntsman).

CTE (hệ số giãn nở nhiệt) được xác định theo DIN 53752.

TC (độ dẫn nhiệt) được xác định theo ISO 8894.

SCT: Hệ số nứt (nhiệt độ nứt mô phỏng) được tính dựa trên T_g , G_{IC} , CTE và độ giãn tại điểm gãy theo mô tả trong công bố đơn sáng chế quốc tế số WO 2010/112272.

Ví dụ 4

Bộ phận bằng sắt được đặt trong khuôn và được bọc bằng chế phẩm theo ví dụ 1 trong quy trình APG và được hóa cứng trong 10 giờ ở 140°C. Bộ phận được bọc và hóa cứng được cho vào thử nghiệm chu trình nhiệt.

Ví dụ so sánh 4

Bộ phận bằng sắt có hình dạng tương tự với bộ phận được sử dụng trong ví dụ 4 được đặt trong khuôn và được bọc bằng chế phẩm theo ví dụ so sánh 1 trong quy trình APG và được hóa cứng trong 10 giờ ở 140°C. Bộ phận được bọc và hóa cứng này được cho vào thử nghiệm chu trình nhiệt. Nhiệt độ nứt trung bình (dựa trên nhóm gồm 20 mẫu) là 14K cao hơn so với nhiệt độ nứt trung bình của sản phẩm ở ví dụ 4.

Tổ hợp được sử dụng rộng rãi ngày nay trong quy trình APG cùng với các chất làm cứng khác nhau đôi chút được mô tả trong các ví dụ so sánh 1 và 2. Các hệ thống như vậy có vấn đề về độc tính trong các trường hợp mà khách hàng vận chuyển BDAM ở dạng thành phần riêng biệt và bổ sung chất gia tốc lúc kết thúc quy trình trộn và khử khí vào trong hỗn hợp anhydrit và chất độn đã khử khí kỹ, vốn nên tuân theo do áp suất hơi cao tương đối của BDMA. Nhiệt độ nứt mô phỏng (được tính từ T_g , CTE, độ giãn tại điểm gãy và G_{IC}) dùng làm thông số đo hiệu suất nứt của chu trình nhiệt lần lượt là -21 và 0°C.

Ví dụ so sánh 3 cho thấy rằng việc thay thế BDMA làm chất gia tốc bằng 1-metylimidazol ít độc hơn dẫn đến hệ thống giòn hơn cùng với T_g có xu hướng cao hơn, độ dẻo thấp hơn (G_{IC} thấp hơn), độ bền dai thấp hơn và độ giãn tại điểm gãy thấp hơn.

Các ví dụ 1 và 2 của sáng chế khác biệt với các ví dụ so sánh 1 và 2 chỉ ở chất gia tốc hóa cứng. Các ưu điểm là:

- TDMAMP không có vấn đề về độc tính.
- Do áp suất hơi thấp, có thể bổ sung các chất gia tốc ở bước đầu của quy trình trộn và khử khí và do đó không cần phải làm gián đoạn quy trình để bổ sung chất gia tốc ở bước sau đó. Xu hướng chung cất chất gia tốc là rất thấp trong bước trộn và khử khí.
- Các ví dụ của sáng chế đều thể hiện các giá trị SCT tốt hơn nhiều (-18K tốt hơn cả các ví dụ được so sánh với các ví dụ so sánh).
- Ưu điểm khác nữa của chế phẩm theo sáng chế là có độ dẫn nhiệt tốt hơn một chút.
- Sử dụng TDMAMP làm chất xúc tác thì hiệu quả hơn: 0,7 phần theo khối lượng TDMAMP vẫn cho độ phản ứng tương tự với 0,8 phần theo khối lượng BDMA.
- So với 1-metylimidazol, đạt được tuổi thọ lâu hơn (thời gian gel hóa) bằng cách sử dụng TDMAMP.
- Quy trình APG tạo ra các sản phẩm hóa cứng có nhiệt độ nứt trung bình thấp hơn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình chế tạo các hệ thống cách điện dùng trong kỹ thuật điện bằng cách đúc chân không, trong đó sử dụng chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần, chế phẩm nhựa nêu trên bao gồm:

(A) ít nhất một nhựa epoxy,

(B) ít nhất một chất hóa cứng anhydrit axit cacboxylic, và

(C) chất gia tốc hoá cứng gồm có 2,4,6-tris(dimethylaminometyl)phenol, trong đó

chế phẩm nhựa được điều chế bằng cách trộn các thành phần (A), (B), (C) và sau đó khử khí hỗn hợp bằng cách sử dụng chân không và gia nhiệt ở 40°C đến 80°C, và bao gồm 0,05 đến 2,0 phần theo khối lượng 2,4,6-tris(dimethylaminometyl)phenol dựa trên 100 phần theo khối lượng ít nhất một nhựa epoxy (A), trong đó ít nhất một nhựa epoxy (A) nêu trên là diglycidylete của bisphenol A, và trong đó

trong trường hợp có chứa chất phụ gia, chất phụ gia không phải là hợp chất béo chuỗi dài bao gồm polypropylen glycol diglycidyl este.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó ít nhất một chất hóa cứng anhydrit axit cacboxylic (B) nêu trên là anhydrit phtalic, anhydrit tetrahydrophthalic, anhydrit metyltetrahydrophthalic, anhydrit hexahydrophthalic hoặc anhydrit metylhexahydrophthalic.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần chứa bổ sung chất độn (D).

4. Quy trình theo điểm 3, trong đó chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần chứa bột silica làm thành phần (D).

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó chế phẩm nhựa nhiệt rắn chứa các thành phần (A) và (B) với lượng từ 0,4 - 1,6 đương lượng anhydrit axit trên mỗi đương lượng epoxy.

6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 3 đến 5, trong đó chế phẩm nhựa nhiệt rắn nhiều thành phần được điều chế bằng cách trộn các thành phần (A), (B), (C)

và (D) và sau đó khử khí hỗn hợp bằng cách áp dụng chân không và gia nhiệt ở 40°C đến 80°C trước khi áp dụng chân không.