



(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) 
1-0020343

(51)⁷ **C08F 2/18, 20/14, 2/00**

(13) **B**

- (21) 1-2012-00549 (22) 22.10.2010
(86) PCT/JP2010/068705 22.10.2010 (87) WO2011/049203A9 28.04.2011
(30) 2009-243856 22.10.2009 JP
2009-260278 13.11.2009 JP
2009-295847 25.12.2009 JP
(45) 25.01.2019 370 (43) 25.07.2012 292
(73) Asahi Kasei Chemicals Corporation (JP)
1-105, Kanda Jinbocho, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8101 Japan
(72) MURAKAMI, Fumiki (JP)
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) **NHỰA METACRYLIC, SẢN PHẨM ĐÚC TỪ NHỰA METACRYLIC VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT NHỰA METACRYLIC**

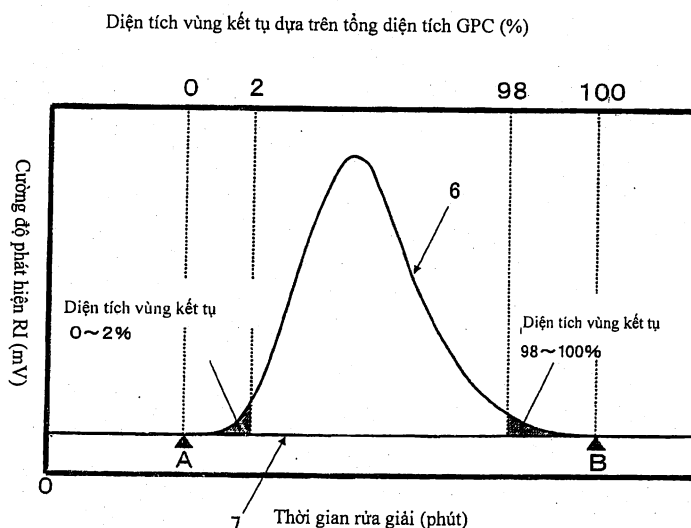
(57) Sáng chế đề cập đến nhựa metacrylic bao gồm từ 80 đến 99,5% khối lượng đơn vị monome este của axit metacrylic, và từ 0,5 đến 20% khối lượng đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với ít nhất là một este của axit metacrylic, trong đó nhựa metacrylic thỏa mãn các điều kiện từ (I) đến (III) sau đây:

(I) có khối lượng phân tử trung bình khối được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel (GPC) từ 60000 đến 300000;

(II) có hàm lượng thành phần khối lượng phân tử bằng 1/5 hoặc nhỏ hơn khối lượng phân tử đỉnh (Mp) thu được từ đường cong rửa giải GPC, hàm lượng này nằm trong khoảng từ 7 đến 40% dựa trên tỷ lệ diện tích vùng thu được từ đường cong rửa giải; và

(III) có góc nghiêng nằm trong khoảng từ 20 đến 40°.

Sáng chế cũng đề cập đến sản phẩm đúc thu được bằng cách đúc nhựa metacrylic này và phương pháp sản xuất nhựa metacrylic này.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến nhựa metacrylic, sản phẩm được đúc từ nhựa metacrylic và phương pháp sản xuất nhựa metacrylic.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhựa metacrylic, cụ thể là poly(metyl metacrylat) (PMMA), được sử dụng trong rất nhiều lĩnh vực do có độ trong suốt cao, như các vật liệu quang học, phụ tùng ô tô, vật liệu xây dựng, thấu kính, đồ gia dụng, thiết bị tự động hóa văn phòng và thiết bị chiếu sáng.

Đặc biệt, gần đây việc sử dụng chúng trong các ứng dụng dùng trong ô tô và vật liệu quang học như các tấm và màng dẫn ánh sáng cho màn hình tinh thể lỏng đang phát triển và ngày càng có nhiều kỳ vọng đối với các ứng dụng mà được cho là khó để thực hiện việc đúc và gia công với nhựa metacrylic thông thường.

Ví dụ, khi đúc phun một sản phẩm đúc có kích thước lớn, mỏng, nếu độ chảy loãng của nhựa kém, việc đúc sẽ không thể thực hiện được do áp lực phun không đủ và sự biến dạng sản phẩm đúc sẽ tăng lên. Do đó, độ chảy loãng cao thì việc đúc sẽ thực hiện được ngay cả khi áp lực phun thấp. Mặt khác, vẫn có nhu cầu cải thiện khả năng kháng dung môi và độ bền cơ học trong khi vẫn duy trì được độ trong suốt không màu mà nhựa metacrylic có và khả năng gia công các loại nhựa thu được.

Thông thường, các phương pháp đã biết thông thường để cải thiện độ bền cơ học và các đặc tính đúc của nhựa metacrylic bao gồm tạo ra độ chảy loãng với nhựa metacrylic có khối lượng phân tử thấp và tạo ra độ bền cơ học với nhựa metacrylic có khối lượng phân tử cao hoặc cấu trúc liên kết ngang dày đặc.

Các báo cáo liên quan đến vấn đề này bao gồm kỹ thuật trộn nóng chảy nhựa metacrylic khối lượng phân tử cao và khối lượng phân tử thấp (ví dụ, Tài liệu sáng chế 1), kỹ thuật đồng trùng hợp nhựa metacrylic được tạo thành bởi nhựa metacrylic khối lượng phân tử thấp với một lượng lớn monome vinyl khác (ví dụ, Tài liệu sáng chế 2), kỹ thuật làm tăng sự phân bố khối lượng phân tử bằng cách tạo ra nhựa metacrylic liên kết ngang dày đặc bằng cách sử dụng monome đa chức (ví dụ, Tài liệu sáng chế 3), và kỹ thuật mà, trong khi duy trì độ bền cơ học, cải thiện độ chảy loãng như được so với nhựa metacrylic thông thường bằng cách sử dụng phương pháp polyme hóa nhiều giai đoạn (ví dụ, Tài liệu sáng chế 4).

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 1-22865

Tài liệu sáng chế 2: JP 4-277545

Tài liệu sáng chế 3: JP 9-207196

Tài liệu sáng chế 4: WO 2007/060891

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các vấn đề sẽ được giải quyết bởi sáng chế

Tuy nhiên, theo sáng chế được mô tả trong Tài liệu sáng chế 1, hai nhựa metacrylic có khối lượng phân tử khác nhau được polyme hóa riêng rẽ và được trộn. Do đó, có vấn đề về sự không đồng đều trong khối lượng phân tử ở một số phần do trộn không đầy đủ, do đó các sợi không ổn định trong quá trình ép đùn.

Ngoài ra, theo sáng chế được mô tả trong Tài liệu sáng chế 2, độ chảy loãng của nhựa metacrylic thu được là không đủ. Do đó, có vấn đề là nếu lượng monome vinyl khác có thể đồng trùng hợp với methyl metacrylat được tăng lên

để cải thiện độ chảy loãng, tính chịu nhiệt và độ bền cơ học có xu hướng giảm, do đó sự cân bằng tốt giữa độ chảy loãng, độ bền cơ học và tính chịu nhiệt có thể không được tạo ra.

Ngoài ra, theo sáng chế được mô tả trong Tài liệu sáng chế 3, có vấn đề là nếu lượng monome đa chức rất lớn, tính đồng nhất hỗn hợp giảm, do đó bề ngoài của sản phẩm đúc xấu đi, trong khi nếu lượng monome đa chức rất nhỏ, hiệu quả cải thiện về độ chảy loãng và duy trì độ bền cơ học là không thực hiện được, và lúc này việc kiểm soát monome đa chức là rất khó.

Ngoài ra, theo sáng chế được mô tả trong Tài liệu sáng chế 4, mặc dù độ chảy loãng của polyme thu được là tốt, diện tích bề mặt riêng của nhựa thu được bằng cách polyme hóa có xu hướng tăng và mang điện tích do tĩnh điện. Hơn nữa, góc nghiêng của các hạt nhựa thu được bằng cách polyme hóa lớn, do đó khi nhựa được nạp vào phễu trong khi xử lý ép đùn hoặc đúc, polyme không được bổ sung ổn định. Điều này có thể gây ra các vấn đề như các sợi được ép đùn bị vỡ hoặc nhựa không thể được bổ sung vào trục khi phễu được va đập theo cách thích hợp hoặc được cho vào một số va đập khác. Hơn nữa, khối kết tụ có nguồn gốc từ hạt nhựa bám dính với nhau, ví dụ, có thể tạo thành. Nếu lượng khối kết tụ tăng, không chỉ làm cho hiệu suất giảm, mà cũng có thể dẫn đến các vấn đề khác như năng suất giảm do tắc nghẽn vì khối kết tụ cản trở bên trong ống dẫn gây ra và giảm màu sắc của nhựa thu được.

Theo quan điểm về các vấn đề được mô tả trên đây trong lĩnh vực này, mục đích của sáng chế là đề xuất nhựa metacrylic có độ trong suốt không màu tuyệt vời, độ chảy loãng ở mức cao của nhựa nóng chảy, chịu va đập ở mức cao và kháng dung môi, cũng như có hàm lượng khối kết tụ thấp và góc nghiêng của hạt nhựa nhỏ.

Các phương pháp giải quyết vấn đề

Dựa vào kết quả nghiên cứu chuyên sâu để giải quyết các vấn đề được mô tả trên đây trong lĩnh vực này, các tác giả sáng chế đã hoàn thành được sáng chế.

Cụ thể là, sáng chế đề cập đến.

1. Nhựa metacrylic bao gồm:

từ 80 đến 99,5% khối lượng đơn vị monome este của axit metacrylic; và

từ 0,5 đến 20% khối lượng đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với ít nhất một este của axit metacrylic,

trong đó, nhựa metacrylic thỏa mãn các điều kiện từ (I) đến (III) sau đây:

(I) có khối lượng phân tử trung bình khối được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel (GPC) nằm trong khoảng từ 60000 đến 300000;

(II) có hàm lượng thành phần khối lượng phân tử bằng 1/5 hoặc nhỏ hơn khối lượng phân tử đỉnh (M_p) thu được từ đường cong rửa giải GPC, hàm lượng này nằm trong khoảng từ 7 đến 40% dựa trên tỷ lệ diện tích vùng thu được từ đường cong rửa giải GPC; và

(III) có góc nghiêng nằm trong khoảng từ 20 đến 40°.

2. Nhựa metacrylic theo điểm 1 trên đây, trong đó sử dụng bốn mẫu thử nghiệm có độ dày 3mm, chiều rộng 20mm và chiều dài 220mm được tạo thành từ nhựa metacrylic được cán mỏng lên nhau, có sự khác nhau về chỉ số màu vàng theo chiều dài khi được xác định dựa trên JIS T7105 là 30 hoặc nhỏ hơn.

3. Nhựa metacrylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó nhựa metacrylic có hàm lượng hơi ẩm được xác định theo phương pháp Karl Fischer nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0% khối lượng.

4. Nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3 trên đây, trong đó hàm lượng thành phần có khối lượng phân tử được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel (GC) là 10000 hoặc nhỏ hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 10% dựa trên tỷ lệ diện tích vùng thu được từ đường cong rửa giải GPC.

5. Nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4 trên đây, trong đó:

tỷ lệ hỗn hợp trung bình Mh (% khối lượng) của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong nhựa metacrylic có thành phần khối lượng phân tử mà diện tích vùng kết tụ của diện tích vùng thu được từ đường cong rửa giải GPC là nằm trong khoảng từ 0 đến 2%, và

tỷ lệ hỗn hợp trung bình (MI) (% khối lượng) của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong nhựa metacrylic có thành phần khối lượng phân tử mà diện tích vùng kết tụ nằm trong khoảng từ 98 đến 100%,

Mh và MI thỏa mãn mối quan hệ của biểu thức mối quan hệ (1) sau đây:

$$(Mh - 0,8) \geq MI \geq 0 \dots (1)$$

6. Nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5 trên đây, trong đó nhựa metacrylic có kích thước hạt trung bình là 0,1 hoặc lớn hơn và 10mm hoặc nhỏ hơn.

7. Nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 trên đây, trong đó hàm lượng các thành phần trong nhựa metacrylic có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15 nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10% khối lượng.

8. Nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7 trên đây, trong đó hàm lượng của khối kết tụ là 1,2% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

9. Sản phẩm đúc thu được bằng cách đúc nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8 trên đây.

10. Phương pháp sản xuất nhựa metacrylic chứa monome este của axit metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8 trên đây, phương pháp này bao gồm các bước:

sản xuất, dựa trên toàn bộ nhựa metacrylic, từ 5 đến 45% khối lượng polyme (I) từ hỗn hợp vật liệu thô chứa monome este của axit metacrylic, polyme (I) có khối lượng phân tử trung bình khối từ 5000 đến 50000 được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel; và

sản xuất, dựa trên toàn bộ nhựa metacrylic, từ 95 đến 55% khối lượng polyme (II) có khối lượng phân tử trung bình khối từ 60000 đến 350000 bằng cách bổ sung thêm, với sự có mặt của polyme (I), hỗn hợp vật liệu thô chứa monome este của axit metacrylic,

trong đó, khi thời gian từ lúc bổ sung hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (I) cho đến khi quan sát nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt từ nhiệt được sinh ra bởi sự polyme hóa là (T1), và

thời gian từ lúc bổ sung hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II) cho đến khi quan sát nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt từ nhiệt được sinh ra bởi sự polyme hóa là (T2),

T1 và T2 thỏa mãn biểu thức (6) sau đây :

$$0,6 < T2/T1 \leq 5 \dots (6)$$

11. Phương pháp sản xuất nhựa metacrylic theo điểm 10 trên đây, trong đó tỷ lệ hỗn hợp Mal (% khối lượng) của monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong polyme (I), và tỷ lệ hỗn hợp Mah (% trọng lượng) của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong polyme (II),

Mal và Mah thỏa mãn mối quan hệ của biểu thức (4) sau đây:

$$(Mah - 0,8) \geq Mal \geq 0 \dots (4)$$

12. Phương pháp sản xuất nhựa metacrylic theo điểm 10 hoặc 11 trên đây, trong đó polyme (I) về cơ bản là không bao gồm đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 minh họa biểu đồ của thử nghiệm kháng dung môi được thực hiện theo phương pháp côngxon.

Fig. 2 thể hiện biểu đồ minh họa ví dụ về diện tích vùng kết tụ trên biểu đồ xác định đường cong rửa giải GPC của nhựa metacrylic.

Fig. 3 thể hiện biểu đồ minh họa diện tích vùng kết tụ cụ thể trên biểu đồ xác định đường cong rửa giải GPC.

Fig. 4 thể hiện biểu đồ minh họa các vị trí của diện tích đường cong kết tụ từ 0 đến 2% và diện tích vùng kết tụ từ 98 đến 100% trên biểu đồ xác định đường cong rửa giải GPC.

Mô tả chi tiết sáng chế

Phương án thực hiện sáng chế (sau đây được gọi là “phương án theo sáng chế”) sẽ được mô tả chi tiết sau đây.

Sau đây, các đơn vị thành phần tạo nên polyme sẽ được gọi là "đơn vị monome".

Nhựa metacrylic

Nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế bao gồm từ 80 đến 99,5% khối lượng đơn vị monome este của axit metacrylic và từ 0,5 đến 20% khối lượng đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với ít nhất là một este của axit metacrylic, và thỏa mãn các điều kiện sau đây.

(I) có khối lượng phân tử trung bình khối được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel (GPC) từ 60000 đến 300000;

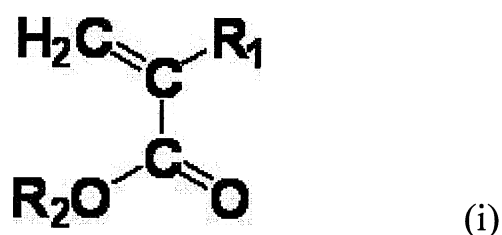
(II) có hàm lượng thành phần mà có khối lượng phân tử bằng 1/5 hoặc nhỏ hơn khối lượng phân tử đỉnh (M_p) thu được từ đường cong rửa giải GPC, hàm

lượng này nằm trong khoảng từ 7 đến 40% dựa trên tỷ lệ diện tích vùng thu được từ đường cong rửa giải GPC;

(III) có góc nghiêng nằm trong khoảng từ 20 đến 40°.

Monome este của axit metacrylic

Đối với monome este của axit metacrylic cấu thành nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế, tốt hơn là, các monome có công thức chung (i) sau đây có thể được sử dụng.



Trong công thức trên đây, R_1 là nhóm methyl.

Ngoài ra, R_2 là nhóm có 1 đến 12 nguyên tử cacbon, tốt hơn là nhóm hydrocacbon có 1 đến 12 nguyên tử cacbon, và có thể có nhóm hydroxyl trên cacbon.

Các ví dụ về monome este của axit metacrylic có công thức (i) chung bao gồm butyl metacrylat, etyl metacrylat, methyl metacrylat, propyl metacrylat, isopropyl metacrylat, xyclohexyl metacrylat, phenyl metacrylat, (2-ethylhexyl) metacrylat, (t-butyl xyclohexyl) metacrylat, benzyl metacrylat, và (2,2,2-trifloetyl) metacrylat. Từ quan điểm này và tương tự, đặc biệt được ưu tiên là sử dụng methyl metacrylat.

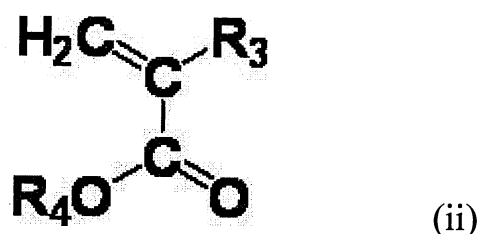
Một trong số các monome metacrylat được mô tả trên đây có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều có thể được sử dụng cùng với nhau.

Hơn nữa, monome este của axit metacrylic giống nhau có thể được bao gồm trong polyme (I) và polyme (II) được mô tả dưới đây hoặc monome este của axit metacrylic khác nhau có thể được bao gồm.

Nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế bao gồm từ 80 đến 99,5% khối lượng đơn vị monome este của axit metacrylic, tốt hơn là từ 85 đến 99,5% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 90 đến 99% khối lượng, vẫn còn tốt hơn nữa là từ 92 đến 99,3% khối lượng, thậm chí còn tốt hơn nữa là từ 92 đến 99% khối lượng và tốt nhất là từ 94 đến 99% khối lượng.

Monome vinyl khác

Đối với monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic được mô tả trên đây, tốt hơn là, monome este của axit acrylic có công thức chung (ii) sau đây có thể được sử dụng.



Trong công thức chung (ii), R_3 là nguyên tử hydro và R_4 là nhóm alkyl có 1 đến 18 nguyên tử cacbon.

Các ví dụ về monome vinyl khác có công thức chung (ii) mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic bao gồm: axit α,β không no, như axit acrylic và axit metacrylic; axit carboxylic có hóa trị hai chứa nhóm không no và alkyl este của nó, như axit maleic, axit fumaric, axit itaconic và axit xinamic; các monome styren, như styren, o-metylstyren, m-metylstyren, p-metylstyren, 2,4-dimetylstyren, 2,5-dimetylstyren, 3,4-dimetylstyren, 3,5-dimetylstyren, p-etylstyren, m-etylstyren, o-etylstyren, p-tert-butylstyren, và isopropenylbenzen (α -metylstyren); các hợp chất vinyl thơm, như 1-vinylnaphtalen, 2-vinylnaphtalen, 1,1-diphenyletylen, isopropenyltoluen, isopropenyletylbenzen, isopropenylpropylbenzen, isopropenylbutylbenzen, isopropenylpentylbenzen, isopropenylhexylbenzen và isopropenyloctylbenzen; các hợp chất vinyl xyanua, như acrylonitril và metacrylonitril; các axit carboxylic không no, như anhydrua của axit maleic và anhydrua của axit itaconic; maleimit và các maleimit được

thể N và tương tự, như N-methylmaleimit, N-ethylmaleimit, N-phenylmaleimit và N-xyclohexylmaleimit; các amit như acrylamit và metacrylamit; các hợp chất được tạo thành bằng cách este hóa các nhóm hydroxyl tận cùng của etylen glycol, như etylen glycol di(met)acrylat, dietylen glycol di(met)acrylat, trietylen glycol di(met)acrylat, tetraetylen glycol di(met)acrylat hoặc oligome của nó, với axit acrylic hoặc axit metacrylic; các hợp chất được tạo thành bằng cách este hóa hai nhóm hydroxyl rượu của neopentylglycol di(met)acrylat và tương tự với axit acrylic hoặc axit metacrylic; các hợp chất được tạo thành bằng cách este hóa dẫn xuất rượu polyhydric như trimetylolpropan và pentaerythritol với axit acrylic hoặc axit metacrylic; các monome đa chức như divinylbenzen.

Cụ thể là, nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế, theo quan điểm tăng tính chịu thời tiết, chịu nhiệt, độ chảy loãng và tính ổn định nhiệt, metyl acrylat, etyl acrylat, n-propyl acrylat, n-butyl acrylat, sec-butyl acrylat, 2-ethylhexyl acrylat và các hợp chất tương tự được ưu tiên và được ưu tiên hơn là metyl acrylat, etyl acrylat, và n-butyl acrylat. Theo quan điểm này, metyl acrylat ưu tiên nhất.

Một trong số monome vinyl được mô tả trên đây có thể được sử dụng riêng, hoặc hai hoặc nhiều có thể được sử dụng cùng với nhau.

Hơn nữa, monome vinyl giống nhau có thể được bao gồm trong polyme (I) và polyme (II) được mô tả trên đây hoặc các monome vinyl khác nhau có thể được bao gồm.

Lượng bổ sung của monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế có thể được chọn thích hợp trong khoảng mà trong đó các đặc tính của nhựa metacrylic thu được là không bị tổn hại. Liên quan đến độ chảy loãng, tính chịu thời tiết và ổn định nhiệt, lượng bổ sung là, dựa trên nhựa metacrylic, từ 0,5 đến 20% khối lượng, tốt hơn là từ 0,5 đến 15% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 0,5 đến 10% khối lượng, vẫn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,7 đến 8% khối lượng, thậm chí

tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 8% khối lượng và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 1 đến 6% khối lượng.

Khối lượng phân tử trung bình khối, khối lượng phân tử trung bình khối số, v.v. của nhựa metacrylic

Khối lượng phân tử trung bình khối, khối lượng phân tử trung bình khối số, và khối lượng phân tử đỉnh của nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel (GPC).

Cụ thể là, đường cong hiệu chỉnh được tạo biểu đồ từ thời gian rửa giải và khối lượng phân tử trung bình khối bằng cách sử dụng nhựa metacrylic tiêu chuẩn mà có thể thu được trước như chất phản ứng phân tán nhỏ có khối lượng phân tử trung bình khối đã biết, khối lượng phân tử trung bình khối số, và khối lượng phân tử đỉnh và cột gel phân tích mà rửa giải thành phần khối lượng phân tử cao đầu tiên.

Tiếp theo, dựa trên đường cong hiệu chỉnh thu được, khối lượng phân tử trung bình khối, khối lượng phân tử trung bình khối số, và khối lượng phân tử đỉnh của mẫu nhựa metacrylic, là mục đích đo lường, có thể được xác định.

Nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế có khối lượng phân tử trung bình khối được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel (GPC) nằm trong khoảng từ 60000 đến 300000. Nhựa metacrylic trong khoảng này có độ bền cơ học, kháng dung môi và độ chảy loãng tuyệt vời. Tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 60000 đến 250000, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 70000 đến 230000.

Liên quan đến sự cân bằng trong độ chảy loãng, độ bền cơ học và kháng dung môi, sự phân bố khối lượng phân tử (khối lượng phân tử trung bình khối/ khối lượng phân tử trung bình khối số: M_w / M_n) tốt hơn là 2,1 hoặc lớn hơn và 7 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 2,1 hoặc lớn hơn và 6 hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt

hơn nữa là 2,2 hoặc lớn hơn và 5 hoặc nhỏ hơn, và tốt nhất là 2,2 hoặc lớn hơn và 4,5 hoặc nhỏ hơn.

Khối lượng phân tử đỉnh nhựa metacrylic

Để cải thiện độ chảy loãng gia công trong khi đúc nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế, và để thu được hiệu quả làm mềm dẻo tốt, hàm lượng thành phần khối lượng phân tử bằng $1/5$ hoặc nhỏ hơn khối lượng phân tử đỉnh (M_p) có mặt trong nhựa metacrylic tốt hơn là nằm trong khoảng từ 7 đến 40%. Tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 7 đến 35%, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 8 đến 35%, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 8 đến 30%.

Hàm lượng của thành phần khối lượng phân tử bằng $1/5$ hoặc nhỏ hơn khối lượng phân tử đỉnh (M_p) có thể được xác định dựa trên tỷ lệ diện tích vùng thu được từ đường cong rửa giải GPC.

Tốt hơn là, hàm lượng của thành phần nhựa metacrylic có khối lượng phân tử 500 hoặc nhỏ hơn là nhỏ, bởi vì thành phần nhựa metacrylic có xu hướng tạo ra các khuyết tật bên ngoài dạng bọt gọi là "đường sọc màu bạc" trong khi đúc.

Ở đây, khối lượng phân tử đỉnh (M_p) đề cập đến khối lượng phân tử cho biết đỉnh trong đường cong hiệu chỉnh GPC.

Nếu có nhiều đỉnh trong đường cong hiệu chỉnh GPC, khối lượng phân tử đỉnh là đỉnh cho biết hàm lượng lớn nhất.

Phương pháp cụ thể xác định khối lượng phân tử đỉnh (M_p) của đường cong hiệu chỉnh GPC sẽ được mô tả dưới đây.

Fig. 2 minh họa ví dụ về diện tích vùng kết tụ trên biểu đồ xác định đường cong hiệu chỉnh GPC của nhựa metacrylic. Trục tung của biểu đồ thể hiện cường độ phát hiện (mV) RI (khúc xạ khác nhau), phần thấp hơn của trục hoành

của biểu đồ thể hiện thời gian rửa giải (phút), và phần phía trên thể hiện diện tích vùng kết tụ (%) dựa trên tổng diện tích vùng GPC.

Thứ nhất, trong Fig. 2, điểm A và điểm B, trong đó đường giới hạn được vẽ tự động bằng thiết bị vẽ phân cắt đường cong rửa giải GPC, được xác định đối với đường cong rửa giải GPC thu được từ thời gian rửa giải thu được bằng cách xác định GPC và cường độ phát hiện từ RI (thiết bị phát hiện khúc xạ khác nhau).

Điểm A là điểm mà ở đó đường cong rửa giải GPC ở lúc bắt đầu rửa giải phân cắt đường giới hạn.

Điểm B, về nguyên tắc, là vị trí mà ở đó đường giới hạn và đường cong rửa giải phân cắt ở khối lượng phân tử là 500 hoặc lớn hơn. Nếu không có sự phân cắt đối với khoảng mà trong đó khối lượng phân tử là 500 hoặc lớn hơn, điểm B được đặt là giá trị của cường độ phát hiện RI ở thời gian rửa giải khi khối lượng phân tử là 500.

Phần bóng tối được bao quanh bởi đường cong rửa giải ở giữa các điểm A và B và đoạn thẳng AB là vùng của đường cong rửa giải. Diện tích này là diện tích vùng của đường cong rửa giải.

Đường cong rửa giải được thể hiện trong Fig. 2 được tạo biểu đồ bằng cách sử dụng cột trong đó việc rửa giải được tiến hành từ thành phần khối lượng phân tử cao. Hơn nữa, thành phần khối lượng phân tử cao được quan sát ở lúc bắt đầu rửa giải và thành phần khối lượng phân tử nhỏ được quan sát lúc kết thúc rửa giải.

Trong Fig. 2, giá trị thu được bằng cách biến đổi thời gian rửa giải ở vị trí tương ứng với đỉnh cao nhất của biểu đồ xác định đường cong rửa giải thành khối lượng phân tử là khối lượng phân tử đỉnh (M_p).

Fig. 3 minh họa ví dụ cụ thể về diện tích vùng kết tụ (%) dưới đường cong rửa giải.

Diện tích vùng kết tụ (%) của diện tích vùng của đường cong rửa giải được xem là được tạo thành bằng cách bổ sung cường độ phát hiện tương ứng với thời gian rửa giải tương ứng hướng về phía kết thúc thời gian rửa giải, trong đó điểm A trong Fig. 3 là diện tích vùng kết tụ (%) tham chiếu 0%.

Trong Fig. 3, điểm X là điểm trên đường giới hạn và điểm Y là điểm trên đường cong rửa giải ở thời gian rửa giải xác định. Tỷ lệ của diện tích này được bao quanh bởi đường cong AY, đường thẳng AX, và đường thẳng XY đến diện tích vùng của đường cong rửa giải được lấy làm giá trị diện tích vùng kết tụ (%) ở thời gian rửa giải xác định.

Tỷ lệ hỗn hợp trung bình của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong nhựa metacrylic có thành phần khối lượng phân tử mà diện tích vùng kết tụ của đường cong rửa giải của nhựa metacrylic theo sáng chế là nằm trong khoảng từ 0 đến 2% sẽ được gọi là Mh (% khối lượng). Mặt khác, tỷ lệ hỗn hợp trung bình của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong nhựa metacrylic có diện tích vùng kết tụ nằm trong khoảng từ 98 đến 100%, nghĩa là, khối lượng phân tử thấp, sẽ được gọi là MI (% khối lượng). Fig. 4 minh họa biểu đồ vị trí trong đồ thị xác định từ 0 đến 2% và từ 98 đến 100% diện tích vùng kết tụ.

Các giá trị Mh và MI có thể được xác định bằng cách lấy mẫu liên tục vài lần hoặc mười hai lần thời gian rửa giải thu được từ GPC dựa trên kích thước cột.

Số lần lấy mẫu có thể được chọn dựa trên mức sắc ký khí mà có thể áp dụng. Thông thường, nếu cột này là lớn, lượng được gom đến giảm. Hỗn hợp gồm các mẫu thu được có thể được phân tích bằng phương pháp sắc ký khí nhiệt phân đã biết.

Trong nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế, tốt hơn là tỷ lệ hỗn hợp trung bình Mh (% khối lượng) của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong nhựa metacrylic có thành phần

khối lượng phân tử mà diện tích vùng kết tụ của đường cong rửa giải là nằm trong khoảng từ 0 đến 2% và tỷ lệ hỗn hợp trung bình (MI) (% khối lượng) của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong nhựa metacrylic có diện tích vùng kết tụ nằm trong khoảng từ 98 đến 100%, nghĩa là, khối lượng phân tử thấp, thỏa mãn mối quan hệ của biểu thức (1) sau đây:

$$(M_h - 0,8) \geq MI \geq 0 \quad (1)$$

Biểu thức (1) trên đây minh họa rằng thành phần khối lượng phân tử cao có hỗn hợp monome vinyl khác trung bình mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic cao hơn thành phần khối lượng phân tử thấp ít nhất là 0,8% khối lượng, và monome vinyl khác không được đồng trùng hợp với thành phần khối lượng phân tử thấp.

Để cải thiện độ chảy loãng, tốt hơn là sự khác nhau giữa M_h (% khối lượng) và MI (% khối lượng) là 0,8 % khối lượng hoặc lớn hơn. Tốt hơn nữa là 1,0% khối lượng hoặc lớn hơn và tốt hơn nữa là nếu thỏa mãn biểu thức (2) sau đây:

$$(M_h - 2) \geq MI \geq 0 \quad (2)$$

Cụ thể, tốt hơn là đặt hỗn hợp trung bình gồm đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic của nhựa metacrylic trong thành phần khối lượng phân tử cao 2% khối lượng hoặc lớn hơn hỗn hợp trung bình gồm thành phần khối lượng phân tử thấp, bởi vì sự cải thiện lớn về độ chảy loãng có thể thu được trong khi duy trì tính chịu nhiệt, tỷ lệ vỡ và méo sản phẩm đúc thấp dưới sự thử nghiệm của môi trường và độ bền cơ học.

Hàm lượng thành phần có khối lượng phân tử là 10000 hoặc nhỏ hơn trong nhựa metacrylic

Từ quan điểm về cải thiện độ chảy loãng và giảm các khuyết tật bên ngoài ở sản phẩm đúc được biết như vết màu bạc trong khi đúc, ví dụ, tốt hơn là hàm

lượng của thành phần có khối lượng phân tử là 10000 hoặc nhỏ hơn trong nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế là 1% hoặc lớn hơn và 10% hoặc lớn hơn dựa trên tỷ lệ diện tích vùng thu được từ đường cong rửa giải .

Bằng cách đặt hàm lượng này đến 1% hoặc lớn hơn, độ chảy loãng có thể được cải thiện và bằng cách đặt hàm lượng này đến 10% hoặc nhỏ hơn, các khuyết tật bên ngoài như vết màu bạc trong khi đúc có thể giảm.

Ví dụ, trong Fig. 3, khi điểm X là trên đường giới hạn ở thời gian rửa giải ở đó khối lượng phân tử là 10000, và điểm Y là trên đường cong rửa giải GPC đó, hàm lượng của thành phần có khối lượng phân tử là 10000 hoặc nhỏ hơn có thể thu được bằng cách xác định tỷ lệ diện tích được bao quanh bởi đường cong BY, đoạn thẳng BX, và đoạn thẳng XY so với diện tích vùng của đường cong rửa giải.

Góc nghỉ của nhựa metacrylic

Tốt hơn là, nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế có góc nghỉ nằm trong khoảng từ 20 đến 40°. Nếu góc nghỉ nằm trong khoảng này, trong khi gia công ép đùn và đúc, dễ dàng hơn để định vít gắn chặt vào nhựa metacrylic, và nhựa metacrylic trở nên rất dễ xử lý. Nếu góc nghỉ nhỏ hơn 20°, ma sát giữa các hạt rất nhỏ, do đó dễ dàng với nhựa được gắn chặt vào bởi định vít có xu hướng bị hỏng, mà có thể làm cho tính ổn định mềm dẻo hóa bị giảm. Nếu giá trị này vượt quá 40°, có vấn đề như nghẽn ống dẫn trong thiết bị sản xuất và các thiếu sót trong đo lường có thể xảy ra và khả năng xử lý giảm. Tốt hơn nữa là góc nghỉ là 35° hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 33° hoặc nhỏ hơn và tốt nhất là 30° hoặc nhỏ hơn.

Sự khác nhau về chỉ số màu vàng của nhựa metacrylic

Sự khác nhau về chỉ số màu vàng (ΔYI) của nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế có thể thu được bằng cách sử dụng phương trình sau đây, bằng cách sử dụng 4 mẫu thử nghiệm dày 3mm, rộng 20mm và dài 220mm được cán

mỏng lên với nhau, bằng cách xác định YI (chỉ số màu vàng) theo hướng chiều dài 220mm dựa trên JIS T7105 (phương pháp thử nghiệm đặc tính quang học của chất dẻo) bằng cách sử dụng thiết bị đo màu TC-8600A được sản xuất bởi Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.

ΔYI là mức độ tạo màu vàng ở sản phẩm đúc. Giá trị nhỏ hơn thể hiện ít màu vàng.

Sự khác nhau về chỉ số màu vàng $\Delta YI = YI - YIO$

ΔYI là sự khác nhau về chỉ số màu vàng

YI là chỉ số màu vàng của sản phẩm đúc

YIO là chỉ số màu vàng không khí

Tốt hơn là, nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế có sự khác nhau về chỉ số màu vàng như được xác định dưới các điều kiện được mô tả trên đây là 30 hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 25 hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 22 hoặc nhỏ hơn và tốt nhất là 20 hoặc nhỏ hơn.

Kích thước hạt trung bình của nhựa metacrylic

Từ quan điểm về khả năng vận hành, nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế tốt hơn là có kích thước hạt trung bình nằm trong khoảng từ 0,1mm đến 10,0mm. Tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3,0mm, vẫn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0mm, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,15 đến 0,80mm, thậm chí vẫn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,16 đến 0,70mm, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,7mm.

Kích thước hạt trung bình có thể thu được, ví dụ, bằng cách phân loại hạt bằng cách sử dụng sàng dựa trên JIS-Z8801, bằng cách xác định sự phân bố khối lượng của chúng, tạo ra sự phân bố hạt dựa trên sự phân bố khối lượng và tính toán kích thước hạt tương ứng với 50% khối lượng từ sự phân bố kích thước hạt này như kích thước hạt trung bình.

Tốt hơn là, hình dạng của hạt, ví dụ, là hình trụ, hình cầu thô hoặc dạng tấm. Từ quan điểm về khả năng xử lý và tính đồng nhất, hình cầu thô được ưu tiên.

Nếu nhựa metacrylic bao gồm một lượng lớn hạt mịn có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15mm, khả năng xử lý giảm do có xu hướng các hạt mịn nổi xung quanh trong khi xử lý. Do đó, nếu khả năng xử lý cần đặc biệt tốt, tốt hơn là giảm hàm lượng này đến phạm vi nhất định.

Tuy nhiên, không mong muốn loại bỏ tất cả các hạt mịn nhỏ hơn 0,15mm, bởi vì số lượng các bước gia công, như sàng và tách, tăng lên. Do đó, một lượng nhất định các hạt mịn được cho phép.

Từ các quan điểm trên đây, tốt hơn là hàm lượng các thành phần có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15mm là 0,01% khối lượng hoặc lớn hơn và 10% khối lượng hoặc nhỏ hơn. Tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc lớn hơn và 10 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, vẫn tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc lớn hơn và 8% khối lượng hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 0,2% khối lượng hoặc lớn hơn và 7 % khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt nhất là 0,3% khối lượng hoặc lớn hơn và 6% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Hàm lượng các thành phần có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15mm có thể được xác định, ví dụ, bằng cách phân chia lượng còn lại trên chảo theo lượng được đặt ban đầu trên sàng khi sàng trong 10 phút ở sản lượng rung tối đa bằng cách sử dụng sàng dựa trên JIS-Z8801, JTS-200-45-33 (cỡ lỗ 500 μ m), 34 (cỡ lỗ 425 μ m), 35 (cỡ lỗ 355 μ m), 36 (cỡ lỗ 300 μ m), 37 (cỡ lỗ 250 μ m), 38 (cỡ lỗ 150 μ m), và 61 (chảo), và cả thiết bị lắc sàng thử nghiệm TSK-B-1, được sản xuất bởi Tokyo Screen.

Các ví dụ về phương pháp làm giảm hạt có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15mm bao gồm sàng nhựa metacrylic thu được với sàng có cỡ lỗ 0,15mm hoặc lớn hơn và bằng cách sử dụng nhựa còn lại trên sàng và làm giảm lượng hạt nhỏ

hơn 0,15mm bằng cách sử dụng thiết bị tách ly tâm được lắp với mắt lưới có cỡ lỗ 0,15mm hoặc lớn hơn.

Bằng cách sử dụng phương pháp polyme hóa theo sáng chế, hàm lượng hạt có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15mm có thể được giảm mà không cần thực hiện các thao tác được mô tả trên đây.

Phương pháp sản xuất nhựa metacrylic

Các phương pháp sản xuất nhựa metacrylic được mô tả trên đây theo phương án theo sáng chế sẽ được mô tả dưới đây.

Nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế có thể được sản xuất bằng cách polyme hóa khối, polyme hóa dung dịch, polyme hóa huyền phù và polyme hóa nhũ tương. Tốt hơn là sử dụng polyme hóa khối, polyme hóa dung dịch hoặc polyme hóa huyền phù, tốt hơn nữa là sử dụng polyme hóa dung dịch hoặc polyme hóa huyền phù và tốt nhất là sử dụng polyme hóa huyền phù.

Các ví dụ cụ thể về phương pháp sản xuất nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế bao gồm các phương pháp sau đây.

Phương pháp thứ nhất

Lượng định trước của polyme (I) có khối lượng phân tử trung bình khối định trước (ví dụ, từ 5000 đến 50000) được sản xuất trước. Lượng định trước của polyme (I) này được trộn với hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II) có khối lượng phân tử trung bình khối khác với polyme (I) (ví dụ, từ 60000 đến 350000), và dung dịch hỗn hợp thu được được polyme hóa.

Phương pháp thứ hai

Polyme (I) có khối lượng phân tử trung bình khối định trước (ví dụ, từ 5000 đến 50000) được sản xuất trước. Sau đó, hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II) có khối lượng phân tử trung bình khối khác với polyme (I) (ví dụ, từ 60000 đến 350000) được nạp liên tục vào polyme (I) hoặc polyme (I) được nạp liên tục

vào hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II), và hỗn hợp thu được được polyme hóa.

Khối lượng phân tử trung bình khối polyme (I) là, theo quan điểm về ngăn chặn các khuyết tật như vết nứt màu bạc trong khi đúc, tính ổn định polyme hóa và tạo ra độ chảy loãng, tốt hơn là từ 5000 đến 50000 như được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel. Tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10000 đến 50000, vẫn tốt hơn nữa là từ 20000 đến 50000 và thậm chí tốt hơn nữa là từ 20000 đến 35000.

Nếu các nhu cầu xem xét cụ thể được thực hiện đối với tính ổn định polyme hóa, tốt hơn là lượng hỗn hợp chứa monome este của axit metacrylic trong monome vinyl khác có thể đồng trùng hợp về căn bản là bằng 0. Lượng được bao gồm như tạp chất trong monome este vật liệu thô của axit metacrylic được cho phép.

Khối lượng phân tử trung bình khối polyme (II) là, từ quan điểm độ bền cơ học và độ chảy loãng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60000 đến 350000. Tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70000 đến 320000 và vẫn tốt hơn nữa là từ 75000 đến 300000.

Trong bước polyme hóa sản xuất nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế, chất khai mào polyme hóa có thể được sử dụng để điều chỉnh mức độ polyme hóa của polyme được sản xuất.

Khi thực hiện polyme hóa gốc, các ví dụ về chất khơi mào polyme hóa bao gồm chất khơi mào polyme hóa gốc thông thường, ví dụ peroxit hữu cơ như di-t-butyl peroxit, lauroyl peroxit, stearyl peroxit, benzoyl peroxit, t-butyl peroxyneodecanoat, t-butyl peroxy-pivalat, dilauroyl peroxit, dicumyl peroxit, t-butyl peroxy-2-ethylhexanoat, 1,1-bis(t-butylperoxy)-3,3,5-trimethylxyclohexan, 1,1-bis(t-butylperoxy)xyclohexan và chất khơi mào polyme hóa azo như azobisisobutyronitril, azobisisovaleronitril, 1,1-azobis(1-xyclohexancarbonitril),

2,2'-azobis-4-metoxy-2,4-azobisisobutyronitril, 2,2'-azobis-2,4-dimethylvaleronitril và 2,2'-azobis-2-methylbutyronitril.

Các chất này có thể được sử dụng riêng hoặc hai hoặc nhiều chất này có thể được sử dụng cùng với nhau.

Các chất khơi mào polyme hóa gốc này có thể được kết hợp với chất khử thích hợp, và được sử dụng làm chất khơi mào quá trình oxy hóa khử.

Các chất khơi mào polyme hóa này thường được sử dụng với khoảng từ 0 đến 1 phần khối lượng dựa trên tổng cộng là 100 phần khối lượng của tất cả các monome được sử dụng. Các chất khơi mào polyme hóa này có thể được chọn thích hợp phụ thuộc vào nhiệt độ mà ở đó sự polyme hóa được thực hiện và chu kỳ nửa phân rã của chất khơi mào.

Khi chọn phương pháp polyme hóa khối, phương pháp polyme hóa hỗn hợp hoặc polyme hóa huyền phù, từ quan điểm rằng sự tạo màu nhựa có thể được ngăn ngừa, đặc biệt tốt hơn là sử dụng chất khơi mào peroxit, như lauroyl peroxit, decanoyl peroxit và t-butylperoxit-2-ethylhexanoat và còn đặc biệt tốt hơn nữa là sử dụng lauroyl peroxit.

Hơn nữa, khi thực hiện polyme hóa dung dịch ở nhiệt độ cao là 90°C hoặc lớn hơn, chất khơi mào peroxit hoặc azobis, ví dụ, mà có nhiệt độ nửa phân rã 10 giờ là 80°C hoặc lớn hơn và có thể hòa tan trong dung môi hữu cơ được sử dụng, là được ưu tiên. Các ví dụ cụ thể của nó bao gồm 1,1-bis(t-butylperoxy)-3,3,5-trimethylxyclohexan, xyclohexan peroxit, 2,5-dimethyl-2,5-di(benzoylperoxy)hexan, 1,1-azobis(1-xyclohexancarbonitril), và 2-(carbamoylazo)isobutyronitril. Tốt hơn là sử dụng chất khơi mào polyme hóa này trong khoảng, ví dụ, từ 0 đến 1 phần khối lượng dựa trên tổng 100 phần khối lượng của tất cả các monome được sử dụng.

Trong bước sản xuất nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế, đến mức mà mục đích của sáng chế không bị tổn hại, khối lượng phân tử của polyme được sản xuất có thể được kiểm soát.

Ví dụ, khối lượng phân tử có thể được kiểm soát bằng cách sử dụng chất vận chuyển chuỗi, như alkyl mercaptan, dimethylacetamid, dimethylformamid, và triethylamin và iniferter, như dithiocarbamat, triphenylmethylazobenzen và dẫn xuất tetraphenyletan.

Bằng cách điều chỉnh lượng được bổ sung của chúng, khối lượng phân tử có thể được điều chỉnh. Nếu các chất phụ trợ này được sử dụng, từ quan điểm về khả năng xử lý và tính ổn định, tốt hơn là sử dụng alkyl mercaptan. Các ví dụ của nó bao gồm n-butyl mercaptan, n-octyl mercaptan, n-dodecyl mercaptan, t-dodecyl mercaptan, n-tetradecyl mercaptan, n-octadecyl mercaptan, 2-ethylhexylthioglycolat, etylen glycol dithioglycolat, trimethylolpropan tris(thioglycolat), pentaerythritol tetrakis(thioglycolat) và tương tự.

Mặc dù các chất này có thể được bổ sung thích hợp dựa trên khối lượng phân tử cần thiết, chúng thường được sử dụng trong khoảng từ 0,001 đến 3 phần khối lượng dựa trên tổng 100 phần khối lượng của tất cả các monome được sử dụng.

Hơn nữa, các ví dụ về các phương pháp khác để kiểm soát khối lượng phân tử bao gồm phương pháp trong đó phương pháp polyme hóa được thay đổi, phương pháp trong đó lượng chất khơi mào polyme hóa được điều chỉnh, phương pháp trong đó nhiệt độ polyme hóa được thay đổi và tương tự.

Một trong số các phương pháp kiểm soát khối lượng phân tử này có thể được sử dụng riêng, hoặc hai hoặc nhiều phương pháp có thể được sử dụng cùng với nhau.

Mặc dù nhiệt độ polyme hóa tối ưu có thể được chọn thích hợp dựa trên phương pháp polyme hóa, nhiệt độ polyme hóa tốt hơn là 50°C hoặc lớn hơn và 200°C hoặc nhỏ hơn.

Phương pháp thứ nhất và phương pháp thứ hai được mô tả trên đây là các phương pháp sản xuất nhựa metacrylic trong đó hai thành phần có khối lượng phân tử trung bình khối khác nhau là các yếu tố cấu thành. Tuy nhiên, phương pháp sản xuất nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế cũng có thể sản xuất polyme (III) và polyme (IV), ví dụ, có hỗn hợp khối lượng phân tử khác nhau dựa trên các quy trình giống nhau.

Ở trạng thái mà trong đó polyme (I) đã được sản xuất và polyme (I) là có mặt trong hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II), phương pháp sản xuất polyme (II) là phương pháp được ưu tiên như phương pháp sản xuất nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế.

Phương pháp này là được ưu tiên bởi vì nó dễ kiểm soát các hỗn hợp tương ứng chứa các polyme (I) và (II), gia tăng nhiệt độ gây ra bởi nhiệt được sinh ra trong khi polyme hóa có thể được kiểm soát và tính nhớt trong hệ thống cũng có thể được làm ổn định.

Trong trường hợp này, hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II) cũng có thể ở trạng thái mà trong đó một phần đã bắt đầu polyme hóa. Do đó, đối với phương pháp polyme hóa, polyme hóa khối, polyme hóa dung dịch, polyme hóa huyền phù hoặc polyme hóa nhũ tương là được ưu tiên và được ưu tiên hơn nữa là polyme hóa khối, polyme hóa dung dịch hoặc polyme hóa huyền phù.

Tỷ lệ trộn của các polyme (I) và (II)

Tiếp theo, tỷ lệ trộn cụ thể của các polyme (I) và (II) được mô tả trên đây trong phương pháp sản xuất nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế sẽ được mô tả.

Trong phần mô tả sau đây, các polyme (I) và (II) có, như vật liệu thô polyme, polyme được sản xuất từ este của axit metacrylic mà bao gồm monome este của axit metacrylic.

Trong phương pháp thứ nhất và phương pháp thứ hai được mô tả trên đây, trong cả hai trường hợp, trong bước polyme hóa thứ nhất polyme (polyme (I)) từ este của axit metacrylic thu được bằng cách polyme hóa monome este của axit metacrylic, hoặc monome este của axit metacrylic và monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với ít nhất là một este của axit metacrylic, và trong bước polyme hóa thứ hai polyme (polyme (II)) từ este của axit metacrylic thu được mà có thể thu được bằng cách polyme hóa monome este của axit metacrylic, hoặc monome este của axit metacrylic và monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với ít nhất là một este của axit metacrylic.

Tốt hơn là, tỷ lệ trộn của các chất này nằm trong khoảng từ 5 đến 45% khối lượng polyme (I) và từ 95 đến 55% khối lượng polyme (II).

Việc đặt tỷ lệ trộn này làm cho tính ổn định polyme hóa sẽ đạt được trong bước sản xuất, và cũng được ưu tiên theo quan điểm về độ chảy loãng, đặc tính đúc và độ bền cơ học của nhựa metacrylic. Để thu được sự cân bằng tốt hơn trong số các đặc tính này, tỷ lệ polyme (I) / polyme (II) tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 40% khối lượng / từ 95 đến 60 % khối lượng, vẫn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 35% khối lượng / từ 95 đến 65% khối lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 35% khối lượng / từ 90 đến 65% khối lượng.

Khi bổ sung monome vinyl vật liệu thô khác như polyme (I) vào monome este của axit metacrylic, theo quan điểm về màu sắc của polyme thu được, tốt hơn là tỷ lệ hỗn hợp giữa monome este của axit metacrylic và monome vinyl khác là, từ 80 đến 100% khối lượng monome este của axit metacrylic, từ 20 đến 0% khối lượng monome vinyl khác. Tốt hơn nữa là, monome este của axit metacrylic / monome vinyl khác là từ 90 đến 100% khối lượng / từ 10 đến 0%

khối lượng và vẫn tốt hơn nữa là từ 95 đến 100% khối lượng/ từ 5 đến 0% khối lượng.

Nếu các nhu cầu cụ thể được nêu đối với tính ổn định polyme hóa, tốt hơn là lượng được trộn của monome vinyl khác có thể đồng trùng hợp với polyme (I) về căn bản là bằng 0. Trong trường hợp này, lượng được bao gồm như tạo chất trong monome este vật liệu thô của axit metacrylic được cho phép.

Khi bổ sung monome vinyl khác vào monome este của axit metacrylic có tác dụng như vật liệu thô polyme (II), theo quan điểm về tính ổn định nhiệt của polyme thu được, tốt hơn là tỷ lệ hỗn hợp giữa monome este của axit metacrylic và monome vinyl khác là, dựa trên tỷ lệ hỗn hợp của monome este của axit metacrylic / monome vinyl khác, từ 80 đến 99,5% khối lượng / từ 20 đến 0,5% khối lượng, tốt hơn nữa là từ 85 đến 99,5% khối lượng / từ 15 đến 0,5% khối lượng, vẫn tốt hơn nữa là từ 88 đến 99% khối lượng / từ 12 đến 1% khối lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là từ 90 đến 98,5% khối lượng / từ 10 đến 1,5% khối lượng.

Tỷ lệ copolyme hóa monome vinyl với polyme (I) và polyme (II)

Khi Mal (% khối lượng) là tỷ lệ hỗn hợp của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong polyme (I), và Mah (% khối lượng) là tỷ lệ hỗn hợp của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong polyme (II), được ưu tiên từ quan điểm về tính ổn định polyme rằng tỷ lệ copolyme hóa trong polyme (I) và polyme (II), tương ứng, của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic được sử dụng làm vật liệu thô polyme hóa của polyme (I) và polyme (II) được mô tả trên đây thỏa mãn mối quan hệ của biểu thức (3) sau đây:

$$\text{Mah} \geq \text{Mal} \geq 0 \quad (3)$$

Tốt hơn là, polyme (II) khối lượng phân tử cao bao gồm lượng lớn monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic theo tỷ lệ hỗn hợp, như điều này làm cho tính ổn định polyme hóa đạt được, và cũng cho phép độ chảy loãng sẽ được cải thiện trong khi duy trì tính chịu nhiệt và độ bền cơ học.

Tốt hơn nữa là, mối quan hệ của biểu thức (4) sau đây thỏa mãn:

$$(Mah - 0,8) \geq Mal \geq 0 \quad (4)$$

Khi nhựa metacrylic thu được bằng phương pháp sản xuất theo phương án theo sáng chế được tạo thành thành sản phẩm đúc, nếu có nhu cầu để độ chảy loãng được cải thiện trong khi duy trì tỷ lệ vỡ và méo sản phẩm đúc thấp dưới thử nghiệm về môi trường và độ bền cơ học, tốt hơn là mối quan hệ của biểu thức (5) sau đây được đáp ứng.

$$(Mah - 2) \geq Mal \geq 0 \quad (5)$$

Mức tỷ lệ hỗn hợp Mal của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong polyme (I) và mức tỷ lệ hỗn hợp Mah của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong polyme (II) có thể được xác định bằng cách xác định bằng phương pháp sắc ký khí nhiệt phân.

Để điều chỉnh tỷ lệ hỗn hợp Mal và Mah để các biểu thức được mô tả trên đây được đáp ứng, lượng monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với monome este của axit metacrylic được bổ sung vào trong khi giai đoạn thứ nhất và thứ hai và các giai đoạn polyme hóa sau đó có thể được điều chỉnh.

Phương pháp sản xuất nhựa metacrylic bằng cách polyme hóa huyền phù

Trường hợp sẽ được mô tả cụ thể chi tiết hơn trong đó, trong phương pháp sản xuất nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế, bước polyme hóa được thực hiện bằng cách sử dụng polyme hóa huyền phù.

Khi sản xuất nhựa metacrylic bằng polyme hóa huyền phù, trong (Phương pháp thứ nhất) và (Phương pháp thứ hai được mô tả trên đây), sự polyme hóa polyme (II) được thực hiện với sự có mặt của polyme (I).

Thiết bị khuấy

Đối với thiết bị khuấy được sử dụng trong thiết bị polyme hóa để thu được nhựa metacrylic bằng cách polyme hóa huyền phù, các thiết bị khuấy đã biết có thể được sử dụng, như thiết bị khuấy có ở bên trong của nó bộ phận đẩy khuấy, như bộ phận đẩy có cánh nghiêng, bộ phận đẩy có cánh phẳng, bộ phận đẩy cánh quạt, bộ phận đẩy ánh neo, bộ phận đẩy Pfaudler, bộ phận đẩy tua bin, bộ phận đẩy mép sắc, bộ phận đẩy trộn tối đa, bộ phận đẩy vùng đầy, bộ phận đẩy dải duy băng, bộ phận đẩy siêu trộn, bộ phận đẩy Intermig, bộ phận đẩy riêng biệt, và bộ phận đẩy chảy quanh trục, thiết bị khuấy có bộ phận đẩy dịch chuyển trong phía bên trong của nó, thiết bị khuấy có bộ phận đẩy dạng răng trong phía bên trong của nó và thiết bị khuấy có đĩa quay trong phía bên trong của nó, như kiểu đĩa, kiểu đĩa hình chữ V hoặc kiểu đỉnh vít.

Mặc dù tốc độ khuấy trong khi polyme hóa cũng phụ thuộc vào các yếu tố như kiểu thiết bị khuấy được sử dụng, hiệu quả khuấy của bộ phận đẩy khuấy, và thể tích của chảo polyme hóa, tốt hơn là tốc độ khuấy nằm trong khoảng từ 1 đến 500 vòng/phút, thực tế rằng kích thước hạt thích hợp có thể thu được và thực tế rằng hàm lượng của thành phần có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15mm có thể được giảm và theo quan điểm về tính ổn định polyme hóa và tương tự.

Nhiệt độ polyme hóa và thời gian polyme hóa

Nhiệt độ polyme hóa trong polyme hóa huyền phù là, liên quan đến năng suất và lượng sản xuất khối kết tụ, tốt hơn là 60°C hoặc lớn hơn và 90°C hoặc nhỏ hơn. Tốt hơn nữa là 65°C hoặc lớn hơn và 85°C hoặc nhỏ hơn, vẫn tốt hơn nữa là 70°C hoặc lớn hơn và 85°C hoặc nhỏ hơn, và thậm chí tốt hơn nữa là 70°C hoặc lớn hơn và 83°C hoặc nhỏ hơn. Nhiệt độ polyme hóa của polyme (I) và polyme (II) có thể là giống nhau hoặc khác nhau.

Thời gian (T1: ở đây, đôi khi được gọi là "thời gian polyme hóa") từ lúc bổ sung hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (I) để đạt được nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt từ nhiệt được sinh ra bằng cách polyme hóa là, theo quan điểm về giảm xảy ra khối kết tụ, tốt hơn là 20 phút hoặc lớn hơn và 240 phút hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 30 phút hoặc lớn hơn và 210 phút hoặc nhỏ hơn, vẫn tốt hơn nữa là 45 phút hoặc lớn hơn và 180 phút hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 60 phút hoặc lớn hơn và 150 phút hoặc nhỏ hơn, và thậm chí còn tốt hơn nữa là 60 phút hoặc lớn hơn và 120 phút hoặc nhỏ hơn.

Thời gian polyme hóa (T1) này có thể được điều chỉnh nếu thích hợp dựa trên lượng chất khơi mào polyme hóa được sử dụng và thay đổi trong nhiệt độ polyme hóa.

Nhiệt độ khi bổ sung hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (I) có thể được đặt liên quan đến điểm sôi của vật liệu thô được sử dụng. Tốt hơn là, nhiệt độ này là khoảng giống như, hoặc bằng với hoặc thấp hơn, điểm sôi của vật liệu thô được sử dụng.

Nếu nhiệt độ cao, vật liệu thô có xu hướng bay hơi trong khi bổ sung, do đó hỗn hợp của polyme thu được thay đổi. Nếu nhiệt độ thấp, cần có thời gian để gia tăng nhiệt độ sau khi bổ sung vật liệu thô. Do đó, tốt hơn là bổ sung vật liệu thô ở nhiệt độ nhất định. Cụ thể là, tốt hơn là nhiệt độ là 60°C hoặc lớn hơn và 90°C hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 60°C hoặc lớn hơn và 85°C hoặc nhỏ hơn, vẫn tốt hơn nữa là 65°C hoặc lớn hơn và 85°C hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 65°C hoặc lớn hơn và 80°C hoặc nhỏ hơn, và thậm chí còn tốt hơn nữa là 70°C hoặc lớn hơn và 80°C hoặc nhỏ hơn.

Hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II) có thể được bổ sung vào ngay sau đỉnh tỏa nhiệt do sự polyme hóa polyme (I) được quan sát hoặc có thể được bổ sung vào sau khi giữ trong thời gian định trước. Khi cần phải làm tăng mức độ polyme hóa hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (I), tốt hơn là bổ sung hỗn hợp vật

liệu thô chứa polyme (II) sau khi giữ trong thời gian định trước sau đỉnh tỏa nhiệt do sự polyme hóa polyme (I) được quan sát.

Tốt hơn là, thời gian giữ là 180 phút hoặc nhỏ hơn. Tốt hơn nữa là 10 phút hoặc lớn hơn và 180 phút hoặc nhỏ hơn, vẫn tốt hơn nữa là 15 phút hoặc lớn hơn và 150 phút hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 20 phút hoặc lớn hơn và 120 phút hoặc nhỏ hơn, và thậm chí vẫn tốt hơn nữa là 20 phút hoặc lớn hơn và 90 phút hoặc nhỏ hơn.

Tốt hơn là, nhiệt độ trong thời gian giữ này là giống với hoặc cao hơn nhiệt độ polyme hóa polyme (I), do điều này có thể làm cho mức độ polyme hóa được gia tăng. Nếu giữ ở nhiệt độ cao hơn, tốt hơn là giữ ở nhiệt độ 5°C hoặc cao hơn nhiệt độ polyme hóa. Nếu tăng nhiệt độ, theo quan điểm về ngăn ngừa sự kết tụ của polyme thu được, nhiệt độ tốt hơn là 100°C hoặc nhỏ hơn. Cụ thể hơn nữa là 80°C hoặc lớn hơn và 100°C hoặc nhỏ hơn là được ưu tiên, 80°C hoặc lớn hơn và 99°C hoặc nhỏ hơn là được ưu tiên hơn, 85°C hoặc lớn hơn và 99°C hoặc nhỏ hơn là vẫn được ưu tiên hơn, 88°C hoặc lớn hơn và 99°C hoặc nhỏ hơn thậm chí được ưu tiên hơn nữa và 90°C hoặc lớn hơn và 99°C hoặc nhỏ hơn là vẫn được ưu tiên hơn.

Bằng cách tiến hành sự polyme hóa dựa trên nhiệt độ polyme hóa được mô tả trên đây và thời gian giữ, các hạt polyme có góc nghỉ nhỏ hơn có thể được sản xuất.

Khi tăng nhiệt độ trong bước giữ được mô tả trên đây, theo quan điểm về ngăn ngừa sự bay hơi của hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II), tốt hơn là làm giảm nhiệt độ xuống đến khoảng từ 70 đến 85°C, và sau đó bổ sung hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II).

Thời gian (T2: ở đây, đôi khi được gọi là “thời gian polyme hóa”) từ lúc bổ sung hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II) cho đến khi nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt từ nhiệt được sinh ra bởi sự polyme hóa được quan sát là, theo quan điểm về việc giảm góc nghỉ của polyme thu được và giảm lượng kết tụ, tốt hơn là 30

phút hoặc lớn hơn và 240 phút hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 45 phút hoặc lớn hơn và 210 phút hoặc nhỏ hơn, vẫn tốt hơn nữa là 60 phút hoặc lớn hơn và 210 phút hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 60 phút hoặc lớn hơn và 180 phút hoặc nhỏ hơn, và thậm chí còn tốt hơn nữa là 80 phút hoặc lớn hơn và 150 phút hoặc nhỏ hơn.

Đối với mối quan hệ giữa thời gian polyme hóa của polyme (I) và polyme (II), theo quan điểm về hiệu suất và quan điểm rằng nhựa có góc nghỉ nhỏ có thể thu được, mối quan hệ giữa thời gian polyme hóa của polyme (I), nghĩa là, thời gian (T1) cho đến khi đạt đến nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt từ nhiệt độ được sinh ra bởi sự polyme hóa sau khi bổ sung monome trong polyme hóa giai đoạn thứ nhất và thời gian polyme hóa của polyme (II), nghĩa là, thời gian (T2) cho đến khi đạt đến nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt từ nhiệt độ được sinh ra bởi sự polyme hóa sau khi bổ sung monome trong polyme hóa giai đoạn thứ hai, tốt hơn là thỏa mãn biểu thức mối quan hệ (6) sau đây:

$$0,6 < T2/T1 \leq 5 \quad (6)$$

Khi xem xét một cách đặc biệt đến màu sắc của nhựa thu được, tốt hơn là $0,6 < T2/T1 \leq 4$, tốt hơn nữa là $0,8 \leq T2/T1 \leq 4$, và tốt nhất là $0,8 \leq T2/T1 \leq 3$.

Cụ thể là theo quan điểm về giảm góc nghỉ, cũng như ngăn chặn sự sinh ra khối kết tụ, mà là nguyên nhân làm giảm hiệu suất, tốt hơn là $1 \leq T2/T1 \leq 5$, tốt hơn nữa là $1 \leq T2/T1 \leq 4$, và tốt nhất là $1 \leq T2/T1 \leq 3$.

Mặc khác, để giảm cụ thể lượng monome còn lại và hàm lượng khối kết tụ theo cách được làm cân bằng, tốt hơn là $0,6 < T2/T1 < 1$, tốt hơn nữa là $0,65 < T2/T1 < 1$, vẫn tốt hơn nữa là $0,7 < T2/T1 < 1$, thậm chí tốt hơn nữa là $0,75 < T2/T1 < 1$, và tốt nhất là $0,8 \leq T2/T1 < 0,95$,

Để thu được các đặc tính màu sắc tốt, giảm góc nghỉ và giảm khối kết tụ, tốt hơn là $0,6 < T2/T1 \leq 4$. Tuy nhiên, tốt hơn nữa là chọn thời gian polyme hóa

được mô tả trên đây dựa trên đặc tính mong muốn trong số các đặc tính được mô tả trên đây.

Để điều chỉnh sao cho thời gian cho đến khi đạt được nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt theo các giai đoạn thứ nhất và thứ hai thỏa mãn biểu thức mối quan hệ (6) được mô tả trên đây, tỷ lệ polyme hóa của polyme (I) và polyme (II) có thể được điều chỉnh, nhiệt độ polyme hóa có thể được điều chỉnh hoặc lượng chất khơi mào polyme hóa được sử dụng có thể được điều chỉnh nếu thích hợp.

Sau khi quan sát nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt từ nhiệt được sinh ra bởi polyme hóa sau khi bổ sung hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II), tốt hơn là gia tăng nhiệt độ đến 5°C hoặc lớn hơn nhiệt độ polyme hóa của polyme (II) trên đây, do điều này làm cho lượng monome gốc trong nhựa metacrylic thu được được ngăn chặn. Tốt hơn nữa là 7°C hoặc lớn hơn và vẫn tốt hơn nữa là 10°C hoặc lớn hơn.

Hơn nữa, để ngăn ngừa sự kết tụ của nhựa thu được, tốt hơn là nhiệt độ điểm cuối tăng là 100°C hoặc nhỏ hơn. Khoảng tốt hơn nữa là 85°C hoặc lớn hơn và 100°C hoặc nhỏ hơn, vẫn tốt hơn nữa là 88°C hoặc lớn hơn và 99°C hoặc nhỏ hơn, và thậm chí tốt hơn nữa là 90°C hoặc lớn hơn và 99°C hoặc nhỏ hơn.

Thời gian giữ nhiệt độ tăng được mô tả trên đây là, liên quan đến hiệu quả làm giảm monome gốc, tốt hơn là 15 phút hoặc lớn hơn và 360 phút hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 30 phút hoặc lớn hơn và 240 phút hoặc nhỏ hơn, vẫn tốt hơn nữa là 30 phút hoặc lớn hơn và 180 phút hoặc nhỏ hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 30 phút hoặc lớn hơn và 150 phút hoặc nhỏ hơn, và thậm chí còn tốt hơn nữa là 30 phút hoặc lớn hơn và 120 phút hoặc nhỏ hơn.

Phương pháp làm sạch

Để loại bỏ chất huyền phù, tốt hơn là bột nhão nhựa metacrylic thu được bằng bước polyme hóa được mô tả trên đây để thao tác như axit làm sạch, nước làm sạch và kiềm làm sạch. Các thao tác làm sạch có thể được thực hiện một lần

hoặc nhiều lần. Số lượng tối ưu có thể được chọn dựa trên hiệu quả thao tác và hiệu quả tách chất huyền phù.

Nhiệt độ tối ưu để thực hiện làm sạch có thể được chọn theo hiệu quả tách chất huyền phù và mức độ tạo màu của polyme thu được. Tốt hơn là, nhiệt độ này nằm trong khoảng từ 20 đến 100°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30 đến 95°C, và vẫn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 95°C.

Thời gian làm sạch/một thao tác làm sạch là, theo quan điểm về hiệu quả làm sạch, hiệu quả làm giảm góc nghỉ và bước đơn giản, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 180 phút, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 150 phút.

Độ pH của dung dịch làm sạch được sử dụng trong khi làm sạch có thể nằm trong khoảng mà trong đó chất huyền phù có thể được loại bỏ, và tốt hơn là độ pH nằm trong khoảng từ 1 đến 12. Nếu tiến hành làm sạch bằng axit, theo quan điểm về hiệu quả loại bỏ chất huyền phù và màu sắc của polyme thu được, độ pH tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 5, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,2 đến 4. Các axit mà có thể được sử dụng trong thao tác này là không bị giới hạn một cách đặc biệt, miễn là chất huyền phù này có thể được loại bỏ. Các axit vô cơ và axit hữu cơ đã biết thông thường có thể được sử dụng. Các ví dụ về các axit vô cơ mà tốt hơn là có thể được sử dụng bao gồm axit clohydric, axit nitric, axit sulfuric, axit phosphoric, axit boric và tương tự. Các dung dịch pha loãng của các axit này với nước cũng có thể được sử dụng. Các ví dụ về các axit hữu cơ bao gồm các axit có nhóm carboxyl, nhóm sulfo, nhóm hydroxy, nhóm thiol, enol và tương tự. Liên quan đến hiệu quả loại bỏ chất huyền phù và màu sắc của nhựa thu được, tốt hơn nữa là axit sulfuric, axit nitric và axit hữu cơ có nhóm carboxyl.

Sau khi làm sạch bằng axit, theo quan điểm về màu sắc của polyme thu được và giảm góc nghỉ, tốt hơn là còn thực hiện tiếp việc làm sạch bằng nước hoặc làm sạch bằng chất kiềm.

Độ pH của dung dịch kiềm khi thực hiện làm sạch bằng chất kiềm tốt hơn là nằm trong khoảng từ 7,1 đến 12, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 7,5 đến 11, và vẫn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 7,5 đến 10,5.

Tốt hơn là, thành phần chất kiềm được sử dụng trong làm sạch bằng chất kiềm là tetraalkylamoni hydroxit, hydroxit kim loại kiềm, hydroxit kim loại kiềm thổ và tương tự. Tốt hơn nữa là hydroxit kim loại kiềm và hydroxit kim loại kiềm thổ. Vẫn tốt hơn nữa là lithi hydroxit, natri hydroxit, kali hydroxit, rubidi hydroxit, xezi hydroxit, magiê hydroxit, canxi hydroxit và bari hydroxit. Thậm chí còn tốt hơn nữa là lithi hydroxit, natri hydroxit, kali hydroxit, magiê hydroxit, canxi hydroxit. Thậm chí vẫn tốt hơn nữa là natri hydroxit và kali hydroxit.

Các thành phần chất kiềm này có thể được sử dụng bằng cách pha loãng với nước để điều chỉnh độ pH.

Bước khử nước

Đối với phương pháp tách các hạt polyme từ bột nhão polyme thu được, phương pháp đã biết thông thường có thể được áp dụng.

Các ví dụ của nó có thể bao gồm phương pháp khử nước mà sử dụng thiết bị tách ly tâm mà dùng lực ly tâm để lắng nước ra, và phương pháp tách hạt polyme bằng cách loại bỏ bằng cách hút nước trên đai xốp hoặc màng lọc.

Bước làm khô

Polyme thu được sau bước khử nước được mô tả trên đây, mà vẫn chứa nước, có thể được cho vào xử lý làm khô theo phương pháp đã biết và sau đó thu hồi.

Các ví dụ về phương pháp này có thể bao gồm làm khô không khí nóng trong đó việc làm khô được thực hiện bằng cách thổi khí nóng vào chảo từ thiết bị làm khô khí nóng hoặc thiết bị gia nhiệt thổi, làm khô trong chân không

trong đó việc làm khô được thực hiện bằng cách làm giảm áp suất trong hệ thống làm tăng nhiệt độ nếu cần, làm khô trong thùng chứa trong đó hơi ẩm được loại bỏ bằng cách làm quay polyme thu được trong bình chứa và làm khô bằng cách quay trong đó việc làm khô được thực hiện bằng cách sử dụng lực ly tâm. Một trong số các phương pháp này có thể được sử dụng riêng, hoặc hai hoặc nhiều phương pháp có thể được sử dụng kết hợp.

Hàm lượng hơi ẩm của nhựa metacrylic là, liên quan đến khả năng vận hành, màu sắc và tương tự của nhựa thu được, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01% khối lượng đến 1% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,05% khối lượng đến 1% khối lượng, vẫn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1% khối lượng đến 1% khối lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,27% khối lượng đến 1% khối lượng. Hàm lượng hơi ẩm của nhựa thu được có thể được xác định bằng cách sử dụng phương pháp Karl Fischer.

Khối kết tụ

Khi sản xuất nhựa metacrylic bằng cách sử dụng polyme hóa huyền phù, mặc dù nhựa metacrylic thu được thường có hình cầu thô, khối kết tụ thường có thể được tạo thành.

Thuật ngữ "khối kết tụ" đề cập đến vật liệu gốc còn lại trên sàng khi polyme thu được được chuyển qua sàng có mắt lưới 1,68mm.

Nếu khối kết tụ còn lại trong nhựa metacrylic, màu sắc của nhựa metacrylic thu được có xu hướng giảm. Tốt hơn là, lượng khối kết tụ trong nhựa metacrylic là không nhiều hơn 1,2% khối lượng, và tốt hơn nữa là không nhiều hơn 1,0% khối lượng.

Hàm lượng khối kết tụ có thể được tính toán bằng cách xác định khối lượng của vật liệu còn lại trên sàng có mắt lưới 1,68mm sau khi làm khô trong lò làm khô 80°C trong 12 giờ, và phân chia khối lượng thu được theo tổng khối lượng vật liệu thô để thu được lượng khối kết tụ được tạo ra (% khối lượng).

Hỗn hợp nhựa metacrylic

Nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế có thể được sử dụng làm hỗn hợp mà kết hợp với nhựa khác được định trước được mô tả dưới đây và các chất phụ gia định trước.

Nhựa khác

Nhựa mà có thể được kết hợp là không bị giới hạn một cách đặc biệt. Tốt hơn là kết hợp nhựa có thể lưu hóa và nhựa dẻo nóng.

Các ví dụ về nhựa dẻo nóng bao gồm nhựa polyalkylen arylat, như nhựa polypropylen, nhựa polyetylen, nhựa polystyren, nhựa syndiotactic polystyren, nhựa ABS, nhựa metacrylic, nhựa AS, nhựa BAAS, nhựa MBS, nhựa AAS, nhựa có thể thoái hóa sinh học, hợp kim nhựa polycarbonat-ABS, polybutylen terephtalat, polyetylen terephtalat, polypropylen terephtalat, polytrimetylen terephtalat và polyetylen naphtalat; các nhựa polyamit, nhựa polyphenylen ete, nhựa polyphenylen sulfido, nhựa phenolic và tương tự. Nhựa AS và nhựa BAAS là đặc biệt được ưu tiên để cải thiện độ chảy loãng. Nhựa ABS và nhựa MBS là được ưu tiên để cải thiện tính chịu va đập. Hơn nữa, nhựa polyete là được ưu tiên để cải thiện sức kháng hóa chất. Ngoài ra, nhựa polyphenylen ete, nhựa polyphenylen sulfua, nhựa phenolic và tương tự có thể được mong đợi để có hiệu quả cải thiện tính làm chậm cháy.

Các ví dụ về nhựa có thể lưu hóa bao gồm các nhựa polyeste không no, nhựa vinyl este, nhựa diallyl phtalat, nhựa epoxy, nhựa xyanat, nhựa xylen, nhựa triazin, nhựa ure, nhựa melamin, nhựa benzoguanamin, nhựa uretan, nhựa oxetan, nhựa keton, nhựa alkyl, nhựa furan, nhựa styrylpyridin, nhựa silicon, cao su tổng hợp và tương tự.

Một trong số các nhựa này có thể được sử dụng riêng, hoặc hai hoặc nhiều nhựa này có thể được sử dụng cùng với nhau.

Chất phụ gia

Các chất phụ gia định trước cũng có thể được bổ sung vào nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế để tạo thành các đặc tính khác nhau, như tính cứng và độ ổn định về kích thước.

Các ví dụ về các chất phụ gia này bao gồm các chất làm dẻo, như phtalat, este của axit béo, este của axit trimellitic, phosphat và polyeste; chất giải phóng đúc, như axit béo bậc cao, este của axit béo bậc cao và mono-, di- hoặc triglyxerit của axit béo bậc cao; chất giảm hậu quả tĩnh điện, như polyete, polyete este, polyete este amit, muối của axit alkylsulfonic và muối của axit alkylbenzen sulfonic; các chất chống oxy hóa, các chất hấp thụ UV, các chất làm ổn định như chất làm ổn định nhiệt và chất ổn định ánh sáng; các chất làm chậm cháy, các chất hỗ trợ chậm cháy, chất lưu hóa, chất thúc đẩy lưu hóa, chất tác động đến tính dẫn, chất làm giảm ứng suất, chất thúc đẩy kết tinh, chất ức chế thủy phân, chất bôi trơn, chất chịu va đập, chất cải thiện tính trượt, chất tạo nén, chất tạo hạt nhân, chất tăng cường độ bền, chất làm tăng cường, chất kiểm soát dòng chảy, thuốc nhuộm, chất làm nhạy, chất tạo màu, các polyme cao su, chất làm dày, chất chống lắng, chất chống lún, chất làm đầy, chất chống tạo bọt, chất cặp đôi, chất ức chế bụi, chất chống vi khuẩn và chất chống nấm, chất chống gấp, các dẫn và tương tự.

Các ví dụ về chất làm ổn định nhiệt bao gồm các chất chống oxy hóa như chất chống oxy hóa phenolic bị cản trở và chất làm ổn định photpho và chất chống oxy hóa phenolic bị cản trở là được ưu tiên. Các ví dụ cụ thể của nó bao gồm pentaerythritol tetrakis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat], thiodietylen bis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl) propionat], octadecyl-3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat, 3,3',3'',5,5',5''-hexa-tert-butyl-a, a',a''-(mesitylene-2,4,6-triyl)tri-p-cresol, 4,6-bis(octylthiometyl)-o-cresol, 4,6-bis(dodecylthiometyl)-o-cresol, etylen bis(oxyetylen)bis[3-(5-tert-butyl-4-hydroxy-m-tolyl)propionat], hexametylen bis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat], 1,3,5-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)-1,3,5-triazin-2,4,6(1H,3H,5H)-trion, 1,3,5-tris[(4-tert-butyl-3-hydroxy-2,6-

xylen)metyl]-1,3,5-triazin-2,4,6(1H,3H,5H)-trion, 2,6-di-tert-butyl-4-(4,6-bis(octylthio)-1,3,5-triazin-2-ylamin)phenol và tương tự. Cụ thể là, pentaerythritol tetrakis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat] là được ưu tiên.

Các ví dụ về các chất hấp thụ UV bao gồm các hợp chất benzotriazol, các hợp chất benzotriazin, các hợp chất benzoat, các hợp chất benzophenon, các hợp chất oxybenzophenon, các hợp chất phenolic, các hợp chất oxazol, các hợp chất malonat, các hợp chất xyanoacrylat, các hợp chất lacton, các hợp chất salixylat, các hợp chất benzoxazinon và tương tự. Tốt hơn là các hợp chất benzotriazol và các hợp chất benzotriazin. Một trong số các hợp chất này có thể được sử dụng riêng, hoặc hai hoặc nhiều hợp chất này có thể được sử dụng cùng với nhau.

Hơn nữa, khi bổ sung chất hấp thụ UV, theo quan điểm về khả năng gia công đúc, tốt hơn là áp suất bay hơi ở 20°C là $1,0 \times 10^{-4}$ Pa hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là $1,0 \times 10^{-6}$ Pa hoặc nhỏ hơn, và vẫn tốt hơn nữa là $1,0 \times 10^{-8}$ Pa hoặc nhỏ hơn.

Cụm từ "khả năng gia công đúc tuyệt vời" đề cập đến sự ít bám dính của chất hấp thụ UV để uốn tròn trong khi đúc màng, chẳng hạn. Nếu chất hấp thụ UV bám dính vào trục cuộn, ví dụ, chất hấp thụ UV dính vào bề mặt sản phẩm đúc, về bề ngoài và các đặc tính quang học và giảm. Do đó, việc bám dính vào trục cuộn là không mong muốn khi sử dụng sản phẩm đúc làm vật liệu quang học.

Tốt hơn là, chất hấp thụ UV có điểm nóng chảy (T_m) là 80°C hoặc cao hơn, tốt hơn nữa là 100°C hoặc cao hơn, vẫn tốt hơn nữa là 130°C hoặc cao hơn và thậm chí tốt hơn nữa là 160°C hoặc cao hơn.

Tốt hơn là, UV được hấp thụ có tỷ lệ mất khối lượng khi nhiệt độ được tăng từ 23°C đến 260°C ở tốc độ 20°C / phút là 50°C hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 30% hoặc thấp hơn, vẫn tốt hơn nữa là 15% hoặc thấp hơn, thậm chí tốt hơn nữa là 10% hoặc thấp hơn, và thậm chí còn tốt hơn nữa là 5% hoặc thấp hơn.

Chất phụ trợ và phương pháp trộn nhựa khác

Đối với phương pháp trộn khi gia công nhựa metacrylic và trộn các chất phụ trợ khác nhau và nhựa khác, việc trộn và sản xuất có thể được thực hiện bằng cách sử dụng máy trộn như máy ép đùn, trục cuốn lăn, máy trộn, máy trộn trục lăn và máy trộn Banbury.

Trong số chúng, việc trộn với máy ép đùn là được ưu tiên theo quan điểm về năng suất.

Nhiệt độ trộn có thể được đặt dựa trên polyme tạo thành nhựa metacrylic và nhiệt độ gia công được ưu tiên của nhựa khác sẽ được trộn. Nhằm hướng dẫn, nhiệt độ này có thể nằm trong khoảng từ 140 đến 300°C, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 180 đến 280°C.

Sản phẩm đúc

Nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế có thể tạo thành sản phẩm đúc bằng cách đúc nhựa metacrylic theo sáng chế hoặc bằng cách đúc hỗn hợp nhựa mà bao gồm nhựa metacrylic theo sáng chế.

Các ví dụ về phương pháp sản xuất sản phẩm đúc bao gồm các phương pháp đúc đã biết, như đúc phun, đúc tấm, đúc thổi, đúc thổi phun, đúc bơm, đúc khuôn chữ T, đúc nén, đúc ép đùn, đúc bột và đúc khuôn. Phương pháp đúc gia công thứ hai, như đúc khí nén và đúc chân không, cũng có thể được sử dụng.

Hơn nữa, bằng cách sử dụng hỗn hợp nhựa mà trộn nhựa có thể lưu hóa trong nhựa metacrylic, sản phẩm đúc có thể thu được bằng cách trộn các thành phần để sản xuất hỗn hợp nhựa mà không cần dung môi hoặc tùy ý bằng cách sử dụng dung môi mà có thể trộn đồng nhất các hợp phần, sau đó tách dung môi để thu được hỗn hợp nhựa, đúc hỗn hợp nhựa thành khuôn đúc, lưu hóa, sau đó làm lạnh và tách sản phẩm đúc thu được ra khỏi khuôn đúc.

Hơn nữa, hỗn hợp nhựa có đúc thành khuôn đúc, sau đó lưu hóa kèm nén

nóng. Đối với dung môi để hòa tan các thành phần tương ứng, dung môi mà có thể trộn đồng nhất các vật liệu tương ứng, và bằng cách sử dụng nó không làm tổn hại đến hiệu quả của sáng chế, có thể được sử dụng.

Các ví dụ về các dung môi này bao gồm toluen, xylen, axeton, metyl etyl keton, metyl butyl keton, dietyl keton, xyclopentanon, xyclohexanon, dimetylformamit, metyl xenlosolve, metanol, etanol, n-propanol, iso-propanol, n-butanol, n-pentanol, n-hexanol, xyclohexanol, n-hexan, n-pentan và tương tự

Hơn nữa, ví dụ về phương pháp khác để trộn và sản xuất hỗn hợp nhựa bằng cách sử dụng máy trộn, như trục cuốn gia nhiệt, máy trộn, máy trộn Banbury và máy ép đùn, làm lạnh và nghiền hỗn hợp nhựa, và sau đó tiến hành đúc bằng cách đúc truyền, đúc phun, đúc nén và tương tự. Ngoài ra, các ví dụ về phương pháp lưu hóa bao gồm lưu hóa nhiệt, lưu hóa ánh sáng, lưu hóa UV, lưu hóa áp xuất, lưu hóa hơi ẩm và tương tự. Trình tự trộn các thành phần tương ứng được thực hiện bằng cách sử dụng phương pháp mà có thể đạt được các hiệu quả của sáng chế.

Các ứng dụng

Nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế, và hỗn hợp nhựa bằng cách sử dụng nhựa này, tốt hơn là có thể được áp dụng làm vật liệu trong các sản phẩm đúc khác nhau.

Các ví dụ về các ứng dụng sản phẩm đúc bao gồm các tài sản trong gia đình, thiết bị tự động hóa văn phòng, thiết bị nghe nhìn, các thành phần ắc quy điện, thiết bị chiếu sáng, các ứng dụng phân tự động, các ứng dụng trong gia đình và các ứng dụng vệ sinh, cũng như tấm dẫn ánh sáng, tấm khuếch tán, màng bảo vệ tấm phân cực, tấm uốn sóng 1/4, tấm uốn sóng 1/2, màng kiểm soát góc nhìn, màng hãm như màng bù quang học, các panen chắn phía trước, để hiển thị, thấu kính và panen tiếp xúc mà được sử dụng trong các hiển thị như hiển thị tinh thể lỏng, hiển thị plasma, hiển thị EL, hiển thị nhũ hóa và tivi dòng công nghệ chiếu sau. Hơn nữa, tốt hơn là, sản phẩm đúc theo sáng chế cũng có

thể được sử dụng trong chất nền trong suốt được sử dụng trong pin năng lượng mặt trời. Ngoài ra, sản phẩm đúc theo sáng chế có thể được sử dụng trong dẫn sóng, thấu kính, sợi quang, vật liệu phủ sợi quang, thấu kính LED, vật phủ thấu kính và tương tự trong lĩnh vực hệ thống truyền thông quang học, hệ thống chuyển mạch quang học và hệ thống đo quang học. Hơn nữa, sản phẩm đúc theo sáng chế cũng có thể được sử dụng như chất cải thiện trong các nhựa khác.

Nhựa metacrylic theo phương án theo sáng chế, và sản phẩm đúc bằng cách sử dụng hỗn hợp nhựa của chúng, cũng có thể được cho vào xử lý chức năng hóa bề mặt, như xử lý chống phản xạ, xử lý tính dẫn trong suốt, xử lý tấm chắn bảo vệ điện tử, xử lý tấm chắn khí.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả bằng cách sử dụng các Ví dụ cụ thể và các Ví dụ so sánh.

Vật liệu thô

Các vật liệu thô được sử dụng trong các Ví dụ và Ví dụ so sánh được thể hiện dưới đây.

- Metyl metacrylat (MMA): Được sản xuất bởi Asahi Kasei Chemicals Corporation (được bổ sung với 2,5ppm 2,4-dimetyl-6-t-butylphenol mà được sản xuất bởi CBC Co., Ltd., là chất ức chế polyme hóa)

- Este của axit metyl acrylic (MA): Được sản xuất bởi Mitsubishi Chemical Corporation (được bổ sung với 14 ppm 4-metoxyphecol mà được sản xuất bởi Kawaguchi Chemical Industry Co., Ltd., là chất ức chế polyme hóa)

- N-octylmercaptan: Được sản xuất bởi the Arkema Group

- 2-Etylhexyl thioglycolat: Được sản xuất bởi the Arkema Group

- Lauroyl peroxit: Được sản xuất bởi NOF Corporation

- Canxi phosphat: Được sản xuất bởi Nippon Chemical Industrial Co., Ltd., được sử dụng làm chất huyền phù

- Canxi cacbonat: Được sản xuất bởi Shiraishi Kogyo Kaisha Ltd., được sử dụng làm chất huyền phù

- Natri lauryl sulfat: Được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., được sử dụng làm chất huyền phù

Phương pháp xác định

I. Xác định hỗn hợp nhựa và khối lượng phân tử

1. Phân tích hỗn hợp nhựa metacrylic

Phân tích hỗn hợp nhựa metacrylic được thực hiện bằng phương pháp sắc ký khí nhiệt phân và phương pháp quang phổ khối.

Thiết bị nhiệt phân: Py-2020D, được sản xuất bởi Frontier Lab

Cột: DB-1 (dài 30m, đường kính bên trong 0,25mm, độ dày pha lỏng 0,25 μ m)

Chương trình nhiệt độ cột: Giữ trong 5 phút ở 40°C, sau đó tăng nhiệt độ đến 320°C ở tốc độ 50°C/phút và giữ trong 4,4 phút ở 320°C

Nhiệt độ lò nhiệt phân: 550°C

Nhiệt độ vào cột: 320°C

Sắc ký khí: GC6890 được sản xuất bởi Agilent

Chất mang: Nito sạch, tốc độ dòng chảy 1,0 ml/phút

Phương pháp phân: Phương pháp tách (tốc độ tách 1/200)

Thiết bị phát hiện: Khối phổ kế Automass Sun, được sản xuất bởi JEOL Ltd.

Phương pháp phát hiện: Ion hóa tác động điện tử (nhiệt độ nguồn ion: 240°C,

nhệt độ bề mặt chung: 320°C)

Mẫu: 10 μ L dung dịch chứa 0,1g nhựa metacrylic trong 10cc cloroform

Mẫu được mô tả trên đây được gom vào cốc mẫu platin của thiết bị nhiệt phân và làm khô trong chân không trong 2 giờ ở 150°C. Cốc mẫu sau đó được đặt vào lò nhiệt phân và mẫu được cho vào phân tích hỗn hợp dưới các điều kiện được mô tả trên đây.

Tỷ lệ hỗn hợp của nhựa metacrylic được xác định dựa trên diện tích đỉnh trong sắc ký ion tổng (TIC) của metyl metacrylat và metyl acrylat và đường cong hiệu chỉnh của mẫu tiêu chuẩn sau đây.

Chuẩn bị các mẫu tiêu chuẩn đường cong hiệu chỉnh: 0,25% khối lượng lauroyl peroxit và 0,25% khối lượng n-octylmercaptan được nạp vào 50g dung dịch chứa tổng năm hỗn hợp metyl metacrylat và metyl acrylat được trộn theo các tỷ lệ, tương ứng, (metyl metacrylat / metyl acrylat) = (100% khối lượng / 0 % khối lượng), (98% khối lượng / 2% khối lượng), (94% khối lượng / 6% khối lượng), (90% khối lượng / 10% khối lượng), và (80% khối lượng / 20% khối lượng). Mỗi trong số các dung dịch được trộn này được nạp vào ống thủy tinh 100 cc, không khí được làm sạch với nitơ, và hàn kín ống thủy tinh. Đặt ống thủy tinh vào bể nước 80°C trong 3 giờ và sau đó đặt vào lò 150°C trong 2 giờ. Làm nguội ống thủy tinh đến nhiệt độ trong phòng và sau đó mở tách thủy tinh. Nhựa metacrylic trong đó được chiết ra và được cho vào phân tích hỗn hợp.

Biểu đồ (diện tích của metyl acrylat) / (diện tích của metyl metacrylat + diện tích của metyl acrylate) thu được dựa trên việc xác định các mẫu tiêu chuẩn đường cong hiệu chỉnh được mô tả trên đây và tỷ lệ nạp của metyl acrylat được sử dụng làm đường cong hiệu chỉnh.

2. Xác định khối lượng phân tử trung bình khối và sự phân bố khối lượng phân tử của nhựa metacrylic

Thiết bị xác định: Sắc ký thẩm thấu gel (LC-908) được sản xuất bởi Japan

Analytical Industry Co., Ltd.

Cột: Một cột Jaigel-4H và hai cột Jaigel-2H được nối theo dãy.

Trong cột này, khối lượng phân tử cao rửa giải nhanh và khối lượng phân tử thấp rửa giải chậm.

Thiết bị phát hiện: Thiết bị phát hiện RI (khúc xạ khác nhau)

Tính nhạy phát hiện: 2,4 μ V/giây

Mẫu: Dung dịch chứa 0,450g nhựa metacrylic trong 15mL cloroform

Lượng phun: 3 mL

Dung môi phát triển: Cloroform, tốc độ dòng chảy 3,3mL/phút

Dưới các điều kiện được mô tả trên đây, cường độ phát hiện RI dựa trên thời gian rửa giải nhựa metacrylic là được xác định.

Khối lượng phân tử trung bình khối (M_w) và sự phân bố khối lượng phân tử (M_w/M_n) của nhựa metacrylic được xác định dựa trên diện tích vùng của đường cong rửa giải và đường cong hiệu chỉnh.

Đối với các đường cong hiệu chỉnh, 10 nhựa metacrylic sau đây (được sản xuất bởi EasiCal PM-1 Polymer Laboratories) có khối lượng phân tử trung bình khối và khối lượng phân tử khác nhau đã biết được sử dụng.

Khối lượng phân tử trung bình khối

Mẫu tiêu chuẩn 1: 1900000

Mẫu tiêu chuẩn 2: 790000

Mẫu tiêu chuẩn 3: 281700

Mẫu tiêu chuẩn 4: 144000

Mẫu tiêu chuẩn 5: 59800

Mẫu tiêu chuẩn 6: 28900

Mẫu tiêu chuẩn 7: 13300

Mẫu tiêu chuẩn 8: 5720

Mẫu tiêu chuẩn 9: 1936

Mẫu tiêu chuẩn 10: 1020

Đường cong rửa giải đối với riêng polyme (II) thu được bằng cách, khi polyme (I) có khối lượng phân tử trung bình khối nằm trong khoảng từ 5000 đến 50000 và polyme (II) có khối lượng phân tử trung bình khối nằm trong khoảng từ 60000 đến 350000 được trộn, xác định trước khối lượng phân tử trung bình khối của riêng polyme (I) bằng cách xác định đường cong rửa giải của polyme (I), làm tăng gấp bội tỷ lệ của polyme (I) mà có mặt (ở đây, tỷ lệ nạp được sử dụng) bởi đường cong rửa giải của polyme (I), và trừ đi cường độ phát hiện mà ở đó thời gian rửa giải từ đường cong rửa giải của hỗn hợp chứa polyme (I) và polyme (II). Dựa trên đường cong này, khối lượng phân tử trung bình khối của các polyme (II) này được xác định.

Hơn nữa, khối lượng phân tử đỉnh (M_p) trên đường cong rửa giải được xác định dựa trên đường cong rửa giải và đường cong hiệu chỉnh và hàm lượng của thành phần khối lượng phân tử bằng $1/5$ hoặc nhỏ hơn M_p được xác định theo cách sau đây.

Thứ nhất, diện tích vùng của đường cong rửa giải của nhựa metacrylic (diện tích phần bóng tối trong Fig. 2) được xác định.

Tiếp theo, diện tích vùng của đường cong rửa giải được phân chia theo thời gian rửa giải tương ứng với $1/5$ khối lượng phân tử của M_p để xác định diện tích vùng của đường cong rửa giải tương ứng với thành phần khối lượng phân tử bằng $1/5$ hoặc nhỏ hơn M_p .

Từ tỷ lệ giữa diện tích và diện tích vùng đó của đường cong rửa giải, tỷ lệ của thành phần khối lượng phân tử bằng 1/5 hoặc nhỏ hơn M_p được xác định.

3. Xác định tỷ lệ hỗn hợp của monome vinyl có thể đồng trùng hợp với methyl metacrylat trong thành phần khối lượng phân tử cao và thành phần khối lượng phân tử thấp của nhựa metacrylic

Trong việc xác định này, hỗn hợp gồm monome vinyl có thể đồng trùng hợp với methyl metacrylat trong thành phần khối lượng phân tử có diện tích vùng kết tụ từ 0 đến 2% (thành phần khối lượng phân tử cao: Mh) và trong thành phần khối lượng phân tử thấp có diện tích vùng kết tụ từ 98 đến 100% (thành phần khối lượng phân tử thấp: Ml), tương ứng, được phân tích.

Diện tích vùng kết tụ (%) của diện tích vùng của đường cong rửa giải được xem là được tạo thành bởi diện tích đường cong rửa giải thu được bằng cách bổ sung cường độ phát hiện tương ứng với thời gian rửa giải tương ứng theo hướng kết thúc thời gian rửa giải, trong đó điểm A trong Fig. 4 là diện tích vùng kết tụ (%) tham chiếu 0%.

Ví dụ cụ thể về diện tích vùng kết tụ sẽ được mô tả kèm tham chiếu đến Fig.3.

Trong Fig.3, điểm X là điểm trên đường giới hạn và điểm Y là điểm trên đường cong rửa giải ở thời gian rửa giải xác định.

Tỷ lệ của diện tích được bao quanh bởi đường cong AY, đoạn thẳng AX, và đoạn thẳng XY với diện tích vùng của đường cong rửa giải được lấy làm giá trị diện tích vùng kết tụ (%) ở thời gian rửa giải xác định.

Thành phần khối lượng phân tử có diện tích vùng kết tụ từ 0 đến 2% (thành phần khối lượng phân tử cao) và thành phần khối lượng phân tử có diện tích vùng kết tụ từ 98 đến 100% (thành phần khối lượng phân tử thấp) được lấy mẫu từ cột dựa trên thời gian rửa giải tương ứng và hỗn hợp của chúng được phân tích. Việc phân tích này được thực hiện bằng cách sử dụng thiết bị tương

tự và dưới các điều kiện tương tự như trong (2. Xác định khối lượng phân tử trung bình khối và sự phân bố khối lượng phân tử của nhựa metacrylic) được mô tả trên đây.

Việc lấy mẫu được thực hiện hai lần. 10 μ L từ các mẫu thu được được gom trong phân tích sắc ký khí nhiệt phân và cốc mẫu platin của thiết bị nhiệt phân trong phương pháp quang phổ khối được sử dụng trong (1. Phân tích hỗn hợp nhựa metacrylic) được mô tả trên đây. Sau đó, bằng cách sử dụng thiết bị làm khô chân không 100°C, làm khô mẫu được gom trong 40 phút.

Hỗn hợp của nhựa metacrylic tương ứng với diện tích vùng kết tụ được lấy mẫu được xác định dưới các điều kiện tương tự như trong (1. Phân tích hỗn hợp nhựa metacrylic) được mô tả trên đây.

II. Xác định lượng khối kết tụ được sinh ra

Dung dịch được trộn bao gồm hạt mịn polyme thu được bằng cách polyme hóa được chuyển qua sàng có mắt lưới 1,68mm để tách khối kết tụ. Khối kết tụ thu được được làm khô trong 12 giờ trong lò làm khô 80°C, và sau đó, xác định khối lượng của chúng.

Lượng khối kết tụ được tạo thành (% khối lượng) được tính toán bằng cách phân chia khối lượng thu được theo tổng khối lượng vật liệu thô được sử dụng để sản xuất polyme (I) (vật liệu thô (I)) và vật liệu thô được sử dụng để sản xuất polyme (II) (vật liệu thô (II)).

III. Xác định các đặc tính vật lý

1. Xác định thời gian bị vỡ được xác định theo phương pháp congxon

Sức kháng dung môi được đánh giá theo phương pháp cách xác định dựa trên phương pháp congxon được minh họa trong Fig. 1.

Máy đúc phun: IS-100EN được sản xuất bởi Toshiba Machine

Sản phẩm đúc phun: dày 3,2mm, rộng 12,7mm, dài 127mm

Điều kiện phun

Nhiệt độ đúc: 230°C

Nhiệt độ đúc khuôn: 60°C

Áp suất phun: 56 MPa

Thời gian phun: 20 giây

Thời gian làm lạnh: 40 giây

Sản phẩm đúc được đúc dưới các điều kiện trên đây được giữ trong bình thon cổ trong 1 ngày để nó không hấp thụ nước.

Sau đó, bằng cách sử dụng khuôn được minh họa trong Fig. 1, sản phẩm đúc 2 được sắp xếp như được minh họa trong Fig. 1, 3kg khối lượng 3 được gắn với dây 5 được gắn như được minh họa trong Fig. 1, và giấy lọc 4 chứa etanol được đặt ở vị trí được minh họa trong Fig. 1. Thời gian từ lúc đặt giấy lọc 4 cho đến khi sản phẩm đúc 2 bị phá vỡ do khối lượng 3 được xác định.

Việc xác định được mô tả trên đây được thực hiện 10 phút đối với mỗi mẫu. Dữ liệu trong thời gian tối đa và thời gian tối thiểu được loại bỏ và thời gian trung bình (giây) để xác định duy trì 8 được tính toán.

Giá trị này được sử dụng làm chỉ số đánh giá sức kháng dung môi.

2. Xác định nhiệt độ làm mềm VICAT

Việc xác định được thực hiện bằng cách sử dụng mẫu thử nghiệm dày 4mm dựa trên ISO 306 B50 để xác định nhiệt độ làm mềm VICAT (°C). Giá trị này được sử dụng làm chỉ số để đánh giá sự chịu nhiệt.

3. Độ bền va đập Charpy (không có khía)

Việc xác định được thực hiện bằng cách sử dụng mẫu thử nghiệm dày 3,2mm dựa trên tiêu chuẩn ISO 179.

4. Đánh giá sự khác nhau về chỉ số màu vàng

Sự khác nhau về chỉ số màu vàng ΔYI được xác định bằng cách sử dụng phương trình sau đây, sử dụng 4 mẫu thử nghiệm dày 3mm, rộng 20mm và dài 220mm được cán mỏng lên với nhau, bằng cách xác định YI (chỉ số màu vàng) theo hướng chiều dài 220mm dựa trên JIS T7105 (phương pháp thử nghiệm các đặc tính quang học của chất dẻo) bằng cách sử dụng thiết bị đo màu TC-8600A được sản xuất bởi Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.

Mẫu thử nghiệm được sản xuất bằng cách sử dụng IS-100EN được sản xuất bởi Toshiba Machine ở nhiệt độ đúc được đặt đến 230°C và nhiệt độ đúc khuôn được đặt đến 60°C.

ΔYI là mức độ tạo màu vàng ở sản phẩm đúc. Giá trị nhỏ hơn cho biết ít màu vàng.

Sự khác nhau về chỉ số màu vàng $\Delta YI = YI - YIO$

ΔYI là sự khác nhau về chỉ số màu vàng

YI là chỉ số màu vàng của sản phẩm đúc

YIO là chỉ số màu vàng không khí

Giá trị ΔYI thu được mà là 20 hoặc nhỏ hơn được đánh giá là "◎", giá trị mà lớn hơn 20 và 25 hoặc nhỏ hơn được đánh giá là "○", giá trị mà lớn hơn 25 và 30 hoặc nhỏ hơn được đánh giá là "△", và giá trị mà lớn hơn 30 được đánh giá là "×".

5. Xác định góc nghiêng

Việc xác định được thực hiện bằng cách sử dụng máy thử nghiệm bột (powder tester) được sản xuất bởi Hosokawa Micron Group.

Góc nghỉ được xác định là tốt trong thực tiễn nếu nó là 40° hoặc nhỏ hơn.

6. Xác định kích thước hạt trung bình

Kích thước hạt trung bình được xác định bằng cách xác định khối lượng hạt còn lại trên mỗi sàng khi việc sàng được thực hiện dựa trên JIS-Z8801 trong 10 phút ở sản lượng rung tối đa bằng cách sử dụng sàng (JTS-200-45-44 (cỡ lỗ $500\mu\text{m}$), 34 (cỡ lỗ $425\mu\text{m}$), 35 (cỡ lỗ $355\mu\text{m}$), 36 (cỡ lỗ $300\mu\text{m}$), 37 (cỡ lỗ $250\mu\text{m}$), 38 (cỡ lỗ $150\mu\text{m}$), và 61 (chảo), được sản xuất bởi Tokyo Screen) và thiết bị lắc sàng thử nghiệm TSK-B-1, và xác định kích thước hạt mà ở đó khối lượng đạt 50%.

Hàm lượng của hạt còn lại trên chảo mà được chuyển qua sàng có cỡ lỗ kích thước hạt $150\mu\text{m}$ (hàm lượng thành phần có kích thước hạt nhỏ hơn $0,15\text{mm}$) là được xác định.

7. Xác định hàm lượng hơi ẩm

Việc xác định được thực hiện ở nhiệt độ 230°C bằng cách sử dụng phương pháp Karl Fischer.

Phương pháp sản xuất nhựa metacrylic sẽ được minh họa.

Lượng được trộn được thể hiện trong Bảng 1 sau đây.

Hơn nữa, hỗn hợp trộn monome, tỷ lệ polyme, các kết quả xác định khối lượng phân tử trung bình khối của mỗi polyme và các điều kiện polyme hóa được thể hiện trong Bảng 2 sau đây.

Ví dụ 1

Nạp 2kg nước, 65g canxi phosphat, 39g canxi carbonat và 0,39g natri lauryl sulfat vào bình có thiết bị khuấy được lắp với bốn bộ phận đẩy cánh nghiêng để thu được dung dịch được trộn (A).

Tiếp theo, nạp 26kg nước vào bình phản ứng 60L, tăng nhiệt độ đến 80°C, và sau đó dung dịch được trộn (A) và vật liệu thô chứa polyme (I) với lượng trộn được thể hiện trong Bảng 1 sau đây được nạp vào trong đó.

Sau đó, việc polyme hóa huyền phù được thực hiện bằng cách duy trì nhiệt độ ở khoảng 80°C, và đỉnh tỏa nhiệt 80 phút sau khi bổ sung vật liệu thô polyme (I) được quan sát.

Sau đó, nhiệt độ được tăng đến 92°C ở tốc độ 1°C/phút và nhiệt độ 92°C được duy trì trong khoảng 30 phút.

Sau đó, giảm nhiệt độ đến 80°C ở tốc độ 1°C/phút, nạp vật liệu thô chứa polyme (II) vào bình phản ứng với lượng trộn được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây. Tiếp theo, việc polyme hóa huyền phù được thực hiện bằng cách duy trì nhiệt độ ở khoảng 80°C, và đỉnh tỏa nhiệt 120 phút sau khi bổ sung vật liệu thô polyme (II) được quan sát.

Sau đó, nhiệt độ được tăng đến 92°C ở tốc độ 1°C/phút và dung dịch được hóa già trong 60 phút, sau đó phản ứng polyme hóa về căn bản là kết thúc.

Tiếp theo, làm lạnh hỗn hợp thu được đến 50°C, và sau đó được nạp với 20% khối lượng axit sulfuric để hòa tan chất huyền phù.

Tiếp theo, chuyển dung dịch phản ứng polyme hóa qua sàng có mắt lưới 1,68mm để tách khối kết tụ, tách hơi ẩm bằng cách lọc và khử nước bột nhão thu được để thu được polyme có hình hạt. Rửa polyme có hình hạt thu được với natri hydroxit trong nước được điều chỉnh đến độ pH nằm trong khoảng từ 8 đến 9,5, sau đó khử nước theo cách tương tự như trên đây, và sau đó rửa lặp lại tiếp với nước được khử ion và khử nước để thu được hạt polyme.

Khối lượng khối kết tụ được xác định sau khi làm khô trong 12 giờ trong lò làm khô 80°C. Lượng khối kết tụ được tạo thành (% khối lượng) được xác định bằng cách phân chia khối lượng này theo tổng khối lượng vật liệu thô (I) và vật liệu thô (II), để thu được giá trị là 0,38% khối lượng.

Các hạt polyme thu được được làm khô trong 12 giờ trong lò làm khô bằng khí nóng 80°C và sau đó tách khỏi lò làm khô. Góc nghỉ được xác định khoảng 1 giờ sau đó là 29° .

Hơn nữa, tỷ lệ hỗn hợp trung bình M_h của methyl acrylat trong nhựa metacrylic của diện tích vùng kết tụ (%) từ 0 đến 2% phần từ phía khối lượng phân tử cao vùng GPC là 2,5% khối lượng, tỷ lệ hỗn hợp trung bình M_l của methyl acrylat trong nhựa metacrylic của diện tích vùng kết tụ (%) từ 98 đến 100% phần vùng GPC là 0,4% khối lượng, và kích thước hạt trung bình là 0,29mm.

Lượng hạt còn lại trên chảo sau khi chuyển qua sàng có cỡ lỗ kích thước hạt $150\mu\text{m}$ là 2,3% khối lượng. Hơn nữa, hàm lượng nước của hạt polyme thu được là 0,56% khối lượng.

Hạt polyme thu được được trộn nóng chảy với thiết bị ép đùn hai chân vịt $\phi 30\text{mm}$ đến 240°C , và làm lạnh các sợi và cắt để thu được hạt nhựa. Đã được xác nhận rằng khả năng gia công ép đùn trong thao tác này là tốt.

Bảng 2 thể hiện thời gian T_1 từ lúc bổ sung vật liệu thô chứa polyme (I) trong Ví dụ 1 cho đến khi đỉnh tỏa nhiệt được quan sát, cũng như nhiệt độ duy trì và thời gian duy trì từ lúc đỉnh tỏa nhiệt được quan sát, và cả thời gian T_2 từ lúc bổ sung vật liệu thô chứa polyme (II) cho đến khi đỉnh tỏa nhiệt được quan sát và giá trị đối với $(T_2)/(T_1)$. Hơn nữa, Bảng 3 sau đây các kết quả xác định của lượng khối kết tụ, góc nghỉ, khối lượng phân tử trung bình khối của hạt, tỷ lệ thành phần khối lượng phân tử bằng 1/5 hoặc nhỏ hơn (M_p), M_h và M_l trên đây, M_w/M_n , kích thước hạt trung bình, hàm lượng thành phần có kích thước hạt nhỏ hơn $0,15\text{mm}$, hàm lượng hơi ẩm và sự khác nhau về chỉ số màu vàng.

Các ví dụ từ 2 đến 17

Sự polyme hóa được thực hiện và hạt polyme thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ 1, ngoại trừ rằng vật liệu thô được thể hiện trong Bảng 1 sau

đây được sử dụng.

Bảng 2 thể hiện thời gian T1 từ lúc bổ sung vật liệu thô chứa polyme (I) cho đến khi đỉnh tỏa nhiệt được quan sát, cũng như nhiệt độ duy trì và thời gian duy trì từ lúc đỉnh tỏa nhiệt được quan sát và cả thời gian T2 từ lúc bổ sung vật liệu thô chứa polyme (II) cho đến khi đỉnh tỏa nhiệt được quan sát và giá trị đối với $(T2)/(T1)$. Hơn nữa, Bảng 3 sau đây thể hiện kết quả xác định lượng khối kết tụ, góc nghỉ, khối lượng phân tử trung bình khối của hạt, tỷ lệ thành phần khối lượng phân tử bằng 1/5 hoặc nhỏ hơn (M_p), M_h và M_l trên đây, M_w/M_n , kích thước hạt trung bình, hàm lượng thành phần có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15mm, hàm lượng hơi ẩm và sự khác nhau về chỉ số màu vàng.

Hạt nhựa thu được theo cách tương tự như trong Ví dụ 1. Trong thời gian thao tác này, khả năng gia công ép đùn là tốt.

Hơn nữa, kết quả xác định đặc tính vật lý của sản phẩm đúc từ nhựa metacrylic từ các Ví dụ 2, 3, 14, và 17 được thể hiện trong Bảng 5 sau đây.

Ví dụ so sánh 1

Nạp hai (2) kg nước, 65g canxi phosphat, 39g canxi carbonat và 0,39g natri lauryl sulfat vào bình có thiết bị khuấy để thu được dung dịch được trộn (A).

Tiếp theo, nạp 26kg nước vào bình phản ứng 60L, nhiệt độ được tăng đến 80°C, và sau đó dung dịch hỗn hợp (A) và vật liệu thô chứa polyme (I) với lượng trộn được thể hiện trong Bảng 1 sau đây được nạp vào trong đó.

Sau đó, sự polyme hóa huyền phù được thực hiện bằng cách duy trì nhiệt độ ở khoảng 80°C, và đỉnh tỏa nhiệt 40 phút sau khi bổ sung vật liệu thô polyme (I) được quan sát.

Sau đó, sau khi giữ trong 30 phút trong khi duy trì ở khoảng 80°C, vật liệu thô chứa polyme (II) được nạp vào bình phản ứng với lượng trộn được thể hiện

trong Bảng 1 sau đây. Tiếp theo, sự polyme hóa huyền phù được thực hiện bằng cách duy trì nhiệt độ ở khoảng 80°C , và đỉnh tỏa nhiệt 210 phút sau khi bổ sung vật liệu thô polyme (II) được quan sát.

Sau đó, nhiệt độ được tăng đến 92°C ở tốc độ $1^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ và dung dịch được hóa già trong 60 phút, sau đó phản ứng polyme hóa về căn bản là kết thúc.

Tiếp theo, làm lạnh hỗn hợp thu được đến 50°C , và sau đó được nạp với 20% khối lượng axit sulfuric để hòa tan chất huyền phù.

Tiếp theo, dung dịch phản ứng polyme được chuyển qua sàng có mắt lưới 1,68mm để tách khối kết tụ và rửa polyme hình dạng hạt hai lần với nước sạch để thu được hạt polyme.

Khối lượng khối kết tụ được xác định sau khi làm khô trong 12 giờ trong lò làm khô 80°C . Lượng khối kết tụ được tạo thành (% khối lượng) được xác định bằng cách phân chia khối lượng này theo tổng khối lượng vật liệu thô (I) và vật liệu thô (II), để thu được giá trị là 1,32% khối lượng.

Làm khô hạt polyme thu được trong 12 giờ trong lò làm khô khí nóng 80°C và sau đó tách khỏi lò làm khô. Góc nghỉ được xác định khoảng 1 giờ sau đó là 45° .

Bảng 4 sau đây thể hiện góc nghỉ, lượng khối kết tụ, khối lượng phân tử trung bình khối của hạt, tỷ lệ thành phần khối lượng phân tử bằng 1/5 hoặc nhỏ hơn (M_p), M_h và M_l trên đây, M_w/M_n , kích thước hạt trung bình, hàm lượng thành phần có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15mm, hàm lượng hơi ẩm và sự khác nhau về chỉ số màu vàng của Ví dụ so sánh 1, và kết quả đánh giá của chúng.

Hơn nữa, kết quả xác định đặc tính vật lý của sản phẩm đúc từ nhựa metacrylic từ Ví dụ so sánh 1 được thể hiện trong Bảng 5 sau đây.

Hạt mịn polyme thu được được trộn nóng chảy với thiết bị trộn hai chân vít $\phi 30\text{mm}$ đến 240°C , và làm lạnh các sợi và cắt để thu được hạt nhựa. Trong

thời gian thao tác này, do hạt polyme không chảy và còn lại trong phễu, hạt polyme được nạp trong khi va đập thích hợp phễu này.

Hơn nữa, các sợi là không ổn định, và một số sợi này được tán đầu tròn trong khi thao tác ép đùn.

Các Ví dụ so sánh 2 và 3

Polyme hóa được thực hiện theo cách tương tự như trong Ví dụ so sánh 1, ngoại trừ rằng vật liệu thô được thể hiện trong Bảng 1 sau đây là được sử dụng.

Bảng 2 sau đây thể hiện thời gian T1 từ lúc bổ sung vật liệu thô chứa polyme (I) cho đến khi đỉnh tỏa nhiệt được quan sát, nhiệt độ duy trì và thời gian duy trì từ lúc đỉnh tỏa nhiệt được quan sát, và cả thời gian T2 từ lúc bổ sung vật liệu thô chứa polyme (II) cho đến khi đỉnh tỏa nhiệt được quan sát.

Bảng 4 sau đây thể hiện góc nghỉ, lượng khối kết tụ khối lượng trung bình của khối lượng phân tử hạt, tỷ lệ thành phần khối lượng phân tử bằng 1/5 hoặc nhỏ hơn (M_p), M_h và M_l trên đây, M_w/M_n , kích thước hạt trung bình, hàm lượng thành phần có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15 mm, hàm lượng hơi ẩm và sự khác nhau về chỉ số màu vàng của các Ví dụ so sánh 2 và 3, và kết quả đánh giá của chúng.

Đối với Ví dụ so sánh 3, kết quả xác định đặc tính vật lý của sản phẩm đúc được thể hiện trong Bảng 5 sau đây.

Hơn nữa, hạt mịn polyme thu được được trộn nóng chảy với máy ép đùn hai chân vịt $\phi 30\text{mm}$ đến 240°C , và làm lạnh các sợi và cắt để thu được hạt nhựa. Trong thời gian thao tác này, do hạt polyme không chảy và vẫn còn lại trên phễu, hạt polyme được nạp trong khi va đập thích hợp phễu này.

Bảng 1

	Vật liệu thô (I)/g					Vật liệu thô (II)/g			
	MMA	MA	Lauroyl Peroxit	2-Ethylhexylthioglycolat	MMA	MA	Lauroyl Peroxit	n-Octylmercaptan	
Ví dụ 1	6935	0	49,92	146,77	16176	416	22,46	26,29	
Ví dụ 2	5779	0	29,64	122,08	17338	446	21,39	29,24	
Ví dụ 3	5779	0	41,6	122,31	17338	446	21,39	29,24	
Ví dụ 4	5806	0	41,6	95,09	16989	802	24,07	13,37	
Ví dụ 5	5779	0	41,6	122,31	17078	713	21,39	16,58	
Ví dụ 6	3930	0	28,29	83,17	18900	789	23,68	18,35	
Ví dụ 7	3845	81	24,3	83,17	18505	1184	23,68	18,35	
Ví dụ 8	3948	0	28,29	64,66	18495	1184	23,68	38,55	
Ví dụ 9	3948	0	32,34	64,66	18495	1184	23,68	38,55	
Ví dụ 10	3948	0	19,72	64,66	18495	1184	38,68	38,55	
Ví dụ 11	2312	0	16,64	48,92	20060	1284	25,67	25,67	
Ví dụ 12	5563	0	39,57	49,49	16143	763	25,69	27,13	
Ví dụ 13	5522	0	39,57	90,43	16154	763	33,88	16,96	
Ví dụ 14	5522	0	39,57	90,43	16594	288	30,52	44,09	

Ví dụ 15	8125	128	128,37	176,12	14357	822	7,61	27,54
Ví dụ 16	5761	0	59,43	122,31	17243	535	22,29	29,06
Ví dụ 17	5100	0	39,22	91	18105	339	46,36	51,92
Ví dụ so sánh 1	5238	0	87,48	142,16	15697	279	8,21	41,34
Ví dụ so sánh 2	6380	0	20,44	135,03	14882	383	34,01	24,19
Ví dụ so sánh 3	5225	0	14,45	110,08	15575	401	43,33	26,32

Bảng 2

	Polyme (I)			Polyme (II)			Tỷ lệ polyme (I) /% khối lượng	Tỷ lệ polyme (II)/% khối lượng	Thời gian polyme hóa vật liệu thô (T1)/phút	Thời gian duy trì/phút	Nhiệt độ duy trì /°C	Thời gian polyme hóa vật liệu thô (T2)/phút	T2/T1
	Hỗn hợp trộn monome /% khối lượng		Mw (x 10000)	Hỗn hợp trộn monome/% khối lượng		Mw (x 10000)							
	MMA	MA		MMA	MA								
Ví dụ 1	100	0	2,3	97,5	2,5	15,8	30	70	80	30	92	120	1,50
Ví dụ 2	100	0	2,3	97,5	2,5	15,2	25	75	100	45	90	130	1,30
Ví dụ 3	100	0	2,3	97,5	2,6	15,2	25	75	80	30	91	130	1,63
Ví dụ 4	100	0	2,8	95,5	4,5	28,1	25	75	80	30	92	110	1,38
Ví dụ 5	100	0	2,3	96,0	4,0	23,4	25	75	80	30	90	130	1,63
Ví dụ 6	100	0	2,3	96,0	4,0	23,4	17	83	80	30	89	130	1,63
Ví dụ 7	100	2	2,3	94,0	6,0	23,4	17	83	90	30	90	130	1,44
Ví dụ 8	100	0	2,8	94	6,0	13,4	17	83	80	30	92	130	1,63
Ví dụ 9	100	0	2,8	94	6,0	13,4	17	83	70	15	93	130	1,86
Ví dụ 10	100	0	2,8	94	6,0	13,4	17	83	100	20	85	90	0,90
Ví dụ 11	100	0	2,3	94,0	6,0	19,0	10	90	80	30	92	130	1,63
Ví dụ 12	100	0	4,7	95,5	4,5	16,3	25	75	80	30	91	100	1,25

Ví dụ 13	100	0	2,8	95,5	4,5	22,9	25	75	80	30	92	90	1,13
Ví dụ 14	100	0	2,8	98,3	1,7	10,1	25	75	75	30	92	110	1,47
Ví dụ 15	100	1,5	2,3	94	5,4	13,8	36	64	40	30	92	190	4,75
Ví dụ 16	100	0	2,3	97	3	15,2	25	75	60	30	80	130	2,17
Ví dụ 17	100	0	2,6	8,2	1,8	10,6	22	78	80	30	92	90	1,13
Ví dụ so sánh 1	100	0	1,8	95,5	1,7	11,3	25	75	40	30	80	210	5,25
Ví dụ so sánh 2	100	0	2,3	95,5	4,5	15,8	30	70	140	30	80	80	0,57
Ví dụ so sánh 3	100	0	2,3	97,5	2,5	15,2	25	75	150	30	80	90	0,60

Bảng 3

	Góc ngõ (°)	Lượng khối kết tụ (% khối lượng)	Khối lượng phân tử trung bình khối của hạt ($\times 10000$)	Tỷ lệ (%) của thành phần khối lượng phân tử bằng 1/5 hoặc nhỏ hơn Mp	Tỷ lệ (%) thành phần có khối lượng phân tử 10000 hoặc nhỏ hơn	Phía khối lượng phân tử cao 2% MA Mh (% khối lượng)	Phía khối lượng phân tử thấp 2% MA MI (% Khối lượng)	Mw/Mn	Kích thước hạt trung bình (mm)	Hàm lượng thành phần có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15 mm (% khối lượng)	Hàm lượng hơi ẩm của hạt (% khối lượng)	Đánh giá ΔYI	ΔYI
Ví dụ 1	29	0,38	11,8	25,3	4,5	2,5	0,4	3,5	0,3	2,3	0,56	⊙	18,3
Ví dụ 2	27	0,23	11,9	22,8	4,1	2,5	0,6	3,3	0,29	2,8	0,48	⊙	19,2
Ví dụ 3	28	0,23	11,9	22,8	4,1	2,5	0,5	3,3	0,29	2,2	0,46	⊙	17,9
Ví dụ 4	25	0,44	21,8	25,6	3,4	4,5	0,8	4,4	0,3	2,4	0,45	⊙	18,2
Ví dụ 5	26	0,33	18,1	24,9	3,9	4	0,6	3,9	0,3	2,2	0,52	⊙	16,3
Ví dụ 6	27	0,28	19,8	21,8	3,5	4	0,5	3,9	0,32	1,8	0,42	⊙	15,2
Ví dụ 7	31	0,38	20,4	21,9	3,5	6	2,5	3,9	0,3	2,3	0,58	⊙	19,7
Ví dụ 8	29	0,25	11,6	16,1	3,2	6	0,6	2,4	0,32	1,2	0,41	⊙	16,4
Ví dụ 9	33	0,34	11,8	15,9	3,1	6	0,6	2,4	0,33	0,9	0,38	⊙	14,7

Ví dụ 10	36	0,67	11,7	15,7	3,1	6	0,6	2,4	0,33	2,2	0,59	○	21,2
Ví dụ 11	29	0,23	17,3	16,3	3,6	6	0,8	2,4	0,33	0,9	0,57	◎	19,3
Ví dụ 12	26	0,28	13,4	13,1	1,7	4,5	1,3	2,4	0,3	2,1	0,4	◎	12,2
Ví dụ 13	26	0,31	17,9	23,9	3,7	4,5	0,9	3,8	0,29	3,1	0,59	◎	18,9
Ví dụ 14	28	0,32	8,3	11,7	4,9	1,7	0,8	2,3	0,29	3,4	0,36	◎	9,8
Ví dụ 15	39	0,98	9,3	14,2	8,3	5,2	2,2	2,7	0,28	6,3	0,63	△	25,1
Ví dụ 16	31	0,42	11,8	22,9	4,2	2,5	0,6	3,3	0,3	1,2	0,42	◎	11,4
Ví dụ 17	30	0,38	8,2	11,8	5,2	1,8	0,7	2,2	0,3	1,5	0,39	◎	9,2

Bảng 4

	Góc ngõ (°)	Lượng khối kết tụ (% khối lượng)	Tỷ lệ (%) thành phần khối lượng phân tử bằng 1/5 hoặc nhỏ hơn Mp	Tỷ lệ (%) thành phần có khối lượng phân tử 10000 hoặc nhỏ hơn	Phía khối lượng phân tử cao 2% MA Mh (% khối lượng)	Phía khối lượng phân tử thấp 2% MA MI (% khối lượng)	Mw/ Mn	Hàm lượng thành phần có kích thước hạt nhỏ hơn 0,15 mm (% khối lượng)	Hàm lượng hơi ẩm của hạt (% khối lượng)	Đánh giá ΔYI	ΔYI
Ví dụ so sánh 1	45	1,22	13,2	6,9	1,7	0,8	2,5	8,7	0,82	×	30,1
Ví dụ so sánh 2	50	1,63	24,6	4,6	4,5	0,7	3,2	10,1	1,12	×	33,2
Ví dụ so sánh 3	48	1,42	22,4	4,3	2,4	0,9	3,1	10,3	1,04	×	31,6

Bảng 5

	Góc nghi (°)	Lượng khối kết tụ (% khối lượng)	Cường độ tác động Charpy (kg/m ²)	Nhiệt độ làm mềm VICAT (°C)	Thời gian phá vỡ/giây	Đánh giá ΔYI	ΔYI
Ví dụ 2	27	0,23	24	109	85	○	19,2
Ví dụ 3	28	0,23	24	109	89	○	17,9
Ví dụ so sánh 3	48	1,42	21	108	67	×	31,6
Ví dụ 14	28	0,32	-	109	-	○	9,8
Ví dụ 17	30	0,38	-	108	-	○	9,2
Ví dụ so sánh 1	45	1,22	-	106	-	×	30,1

Hạt polyme có góc nghiêng trong khoảng định trước, tương tự như hạt của phân Ví dụ, không bị kín phễu trong khi thao tác ép đùn, có khả năng gia công tốt và cũng có chỉ số màu vàng sản phẩm đúc thấp.

Hơn nữa, sự so sánh của phân Ví dụ và Ví dụ so sánh thể hiện rằng khi mối quan hệ giữa thời gian (T_1) từ lúc bổ sung vật liệu thô polyme (I) cho đến khi định tỏa nhiệt và thời gian (T_2) từ lúc bổ sung vật liệu thô polyme (II) cho đến khi định tỏa nhiệt thỏa mãn biểu thức mối quan hệ $0,6 < T_2/T_1 \leq 5$, tương tự trong phân Ví dụ, lượng khối kết tụ là nhỏ và nhựa metacrylic có góc nghiêng nhỏ có thể thu được. Hơn nữa, không có khuyết tật dòng nào trong phễu trong khi thao tác ép đùn và khả năng gia công ép đùn là tuyệt vời.

Từ các Bảng từ 3 đến 5, có thể nhìn thấy rằng bằng cách đặt mối quan hệ của thời gian polyme hóa trong khoảng $0,6 < T_2/T_1 \leq 5$, nhựa metacrylic có góc nghiêng nhỏ có thể thu được. Ngoài ra, so sánh Ví dụ 2 và 3 với Ví dụ so sánh 3 thể hiện rằng đối với nhựa metacrylic thu được với hỗn hợp trộn giống nhau, nhựa metacrylic theo sáng chế thể hiện độ trong suốt không màu, chịu va đập và kháng dung môi, trong khi duy trì tính chịu nhiệt cao, tốt hơn so với nhựa metacrylic được polyme hóa trong thời gian polyme hóa bên ngoài khoảng của sáng chế.

Sáng chế yêu cầu hưởng quyền ưu tiên theo JP 2009-243856 nộp ngày 22/10/2009, JP 2009-260278 nộp ngày 13/11/2009, và JP 2009-295847 nộp ngày 25/12/2009.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Theo sáng chế, nhựa metacrylic, và sản phẩm đúc từ nhựa này, mà có độ trong suốt không màu tuyệt vời, độ chảy loãng ở mức cao, chịu va đập ở mức cao và kháng dung môi, cũng như có hàm lượng khối kết tụ thấp, góc nghiêng của hạt nhựa nhỏ và khả năng gia công tuyệt vời có thể thu được.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Nhựa metacrylic theo sáng chế có thể được áp dụng công nghiệp như sản phẩm đúc được cho vào gia công thứ hai, như đúc khí nén, đúc chân không và đúc thổi, cửa cửa sổ hiển thị (thiết bị) trong điện thoại di động, bộ phận điều khiển tinh thể lỏng, đài truyền hình tinh thể lỏng và tương tự, tấm dẫn ánh sáng được sử dụng trong hiển thị tinh thể lỏng, bản tấm phía trước của thiết bị hiển thị, sơn và tương tự, cửa sổ ngăn ánh sáng bên ngoài, ký hiệu hiển thị, bề mặt bên ngoài của mái che của xe hơi và tương tự, tấm phủ trung bày, giá đỡ và tương tự, lớp phủ cố định ánh sáng, quả địa cầu và tương tự, cũng như phần quang tự động được sử dụng trong đèn chiếu hậu, đèn pha và tương tự mà là mỏng và kích thước lớn và cần tính bền với dung môi, như chất làm sạch chủ yếu chứa rượu, sáp và chất tách sáp.

Danh mục ký hiệu tham chiếu

1. Khuôn cố định
2. Mẫu thử nghiệm (sản phẩm đúc)
3. Khối lượng 3kg
4. Giấy lọc được làm ướt trong etanol
5. Dây treo
6. Đường cong rửa giải GPC (đường cong nổi cường độ phát hiện RI ở mỗi thời gian rửa giải)
7. Đường giới hạn

YÊU CẦU BẢO HỘ**1. Nhựa metacrylic bao gồm:**

từ 80 đến 99,5% khối lượng đơn vị monome este của axit metacrylic; và

từ 0,5 đến 20% khối lượng đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với ít nhất một este của axit metacrylic,

trong đó, nhựa metacrylic thỏa mãn các điều kiện từ (I) đến (III) sau đây:

(I) có khối lượng phân tử trung bình khối được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel (GPC) nằm trong khoảng từ 60000 đến 300000;

(II) có hàm lượng thành phần khối lượng phân tử bằng 1/5 hoặc nhỏ hơn khối lượng phân tử đỉnh (M_p) thu được từ đường cong rửa giải GPC, hàm lượng này nằm trong khoảng từ 7 đến 40% dựa trên tỷ lệ diện tích vùng thu được từ đường cong rửa giải GPC; và

(III) có góc nghỉ nằm trong khoảng từ 20 đến 40° được đo bằng cách sử dụng máy thử nghiệm bột (powder tester) được sản xuất bởi Hosokawa Micron Group.

2. Nhựa metacrylic theo điểm 1, trong đó có sự khác nhau về chỉ số màu vàng theo chiều dài khi được xác định dựa trên JIS T7105 bằng cách sử dụng bốn mẫu thử nghiệm có độ dày 3mm, chiều rộng 20mm và chiều dài 220mm được tạo thành từ nhựa metacrylic được cán mỏng lên nhau, là 30 hoặc nhỏ hơn.

3. Nhựa metacrylic theo điểm 1 hoặc 2, trong đó nhựa metacrylic có hàm lượng hơi ẩm được xác định theo phương pháp Karl Fischer nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0% khối lượng.

4. Nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó hàm lượng thành phần có khối lượng phân tử được xác định bằng phương pháp sắc

ký thẩm thấu gel (GPC) là 10000 hoặc nhỏ hơn nằm trong khoảng từ 1 đến 10% dựa trên tỷ lệ diện tích vùng thu được từ đường cong rửa giải GPC.

5. Nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó

tỷ lệ hỗn hợp trung bình M_h (% khối lượng) của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong nhựa metacrylic có thành phần khối lượng phân tử mà trong đó diện tích vùng kết tụ của diện tích vùng thu được từ đường cong rửa giải GPC nằm trong khoảng từ 0 đến 2%, và

tỷ lệ hỗn hợp trung bình (MI) (% khối lượng) của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong nhựa metacrylic có thành phần khối lượng phân tử mà trong đó diện tích vùng kết tụ nằm trong khoảng từ 98 đến 100%,

M_h và MI thỏa mãn mối quan hệ có biểu thức quan hệ (1) sau đây:

$$(M_h - 0,8) \geq MI \geq 0 \quad (1)$$

6. Nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó nhựa metacrylic có kích thước hạt trung bình là 0,1 hoặc lớn hơn và 10mm hoặc nhỏ hơn, trong đó kích thước hạt được xác định bằng cách phân loại các hạt bằng sàng dựa trên JIS-Z8801, xác định sự phân bố khối lượng của các hạt, tạo ra sự phân bố hạt dựa trên sự phân bố khối lượng, và tính toán kích thước hạt tương ứng với 50% khối lượng từ sự phân bố kích thước hạt là kích thước hạt trung bình.

7. Nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó hàm lượng của các thành phần trong nhựa metacrylic có kích thước hạt trung bình nhỏ hơn 0,15mm nằm trong khoảng từ 0,01 đến 10% khối lượng, trong đó kích thước hạt được đo bằng cách xác định khối lượng hạt còn lại trên mỗi sàng khi việc sàng được thực hiện dựa trên JIS-Z8801 trong 10 phút ở công suất rung tối đa sử dụng sàng (JTS-200-45-44 (cỡ lỗ 500 μ m), 34 (cỡ lỗ 425 μ m), 35 (cỡ lỗ

355 μ m), 36 (cỡ lỗ 300 μ m), 37 (cỡ lỗ 250 μ m), 38 (cỡ lỗ 150 μ m), và 61 (chảo), được sản xuất bởi Tokyo Screen) và thiết bị lắc sàng thử nghiệm TSK-B-1, và đo kích thước hạt tại đó khối lượng đạt 50%.

8. Nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó hàm lượng khối kết tụ là 1,2% khối lượng hoặc nhỏ hơn, hàm lượng khối kết tụ được tính toán bằng cách xác định khối lượng của vật liệu còn lại trên sàng có mắt lưới 1,68mm sau khi làm khô trong lò làm khô ở 80°C trong 12 giờ, và chia khối lượng thu được cho tổng khối lượng các vật liệu thô.

9. Sản phẩm đúc thu được bằng cách đúc nhựa metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8.

10. Phương pháp sản xuất nhựa metacrylic chứa monome este của axit metacrylic theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8 bao gồm các bước:

sản xuất, dựa trên toàn bộ nhựa metacrylic, từ 5 đến 45% khối lượng polyme (I) từ hỗn hợp vật liệu thô chứa monome este của axit metacrylic, polyme (I) có khối lượng phân tử trung bình khối từ 5000 đến 50000 được xác định bằng phương pháp sắc ký thẩm thấu gel; và

sản xuất, dựa trên toàn bộ nhựa metacrylic, từ 95 đến 55% khối lượng polyme (II) có khối lượng phân tử trung bình khối từ 60000 đến 350000 bằng cách bổ sung tiếp, với sự có mặt của polyme (I), hỗn hợp vật liệu thô chứa monome este của axit metacrylic,

trong đó thời gian từ lúc bổ sung hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (I) cho đến khi quan sát nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt từ nhiệt được sinh ra bằng cách polyme hóa là (T1), và

thời gian từ lúc bổ sung hỗn hợp vật liệu thô chứa polyme (II) cho đến khi quan sát nhiệt độ đỉnh tỏa nhiệt từ nhiệt được sinh ra bằng cách polyme hóa là (T2),

T1 và T2 thỏa mãn biểu thức (6) sau đây:

$$0,6 < T2/T1 \leq 5 \quad (6)$$

11. Phương pháp sản xuất nhựa metacrylic theo điểm 10, trong đó tỷ lệ hỗn hợp Mal (% khối lượng) của monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong polyme (I), và

tỷ lệ hỗn hợp Mah (% khối lượng) của đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp với este của axit metacrylic trong polyme (II),

Mal và Mah thỏa mãn mối quan hệ của biểu thức (4) sau đây:

$$(Mah - 0,8) \geq Mal \geq 0 \quad (4)$$

12. Phương pháp sản xuất nhựa metacrylic theo điểm 10 hoặc 11, trong đó polyme (I) về cơ bản là không bao gồm đơn vị monome vinyl khác mà có thể đồng trùng hợp.

FIG. 1

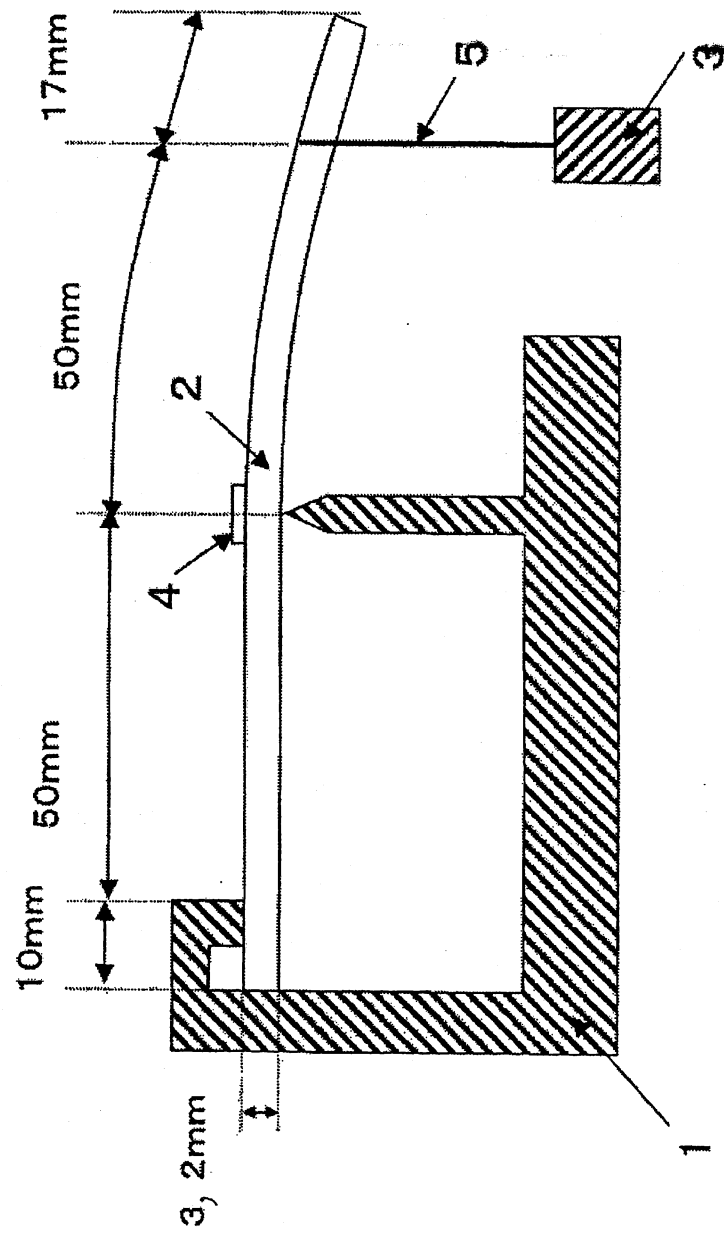


FIG. 2

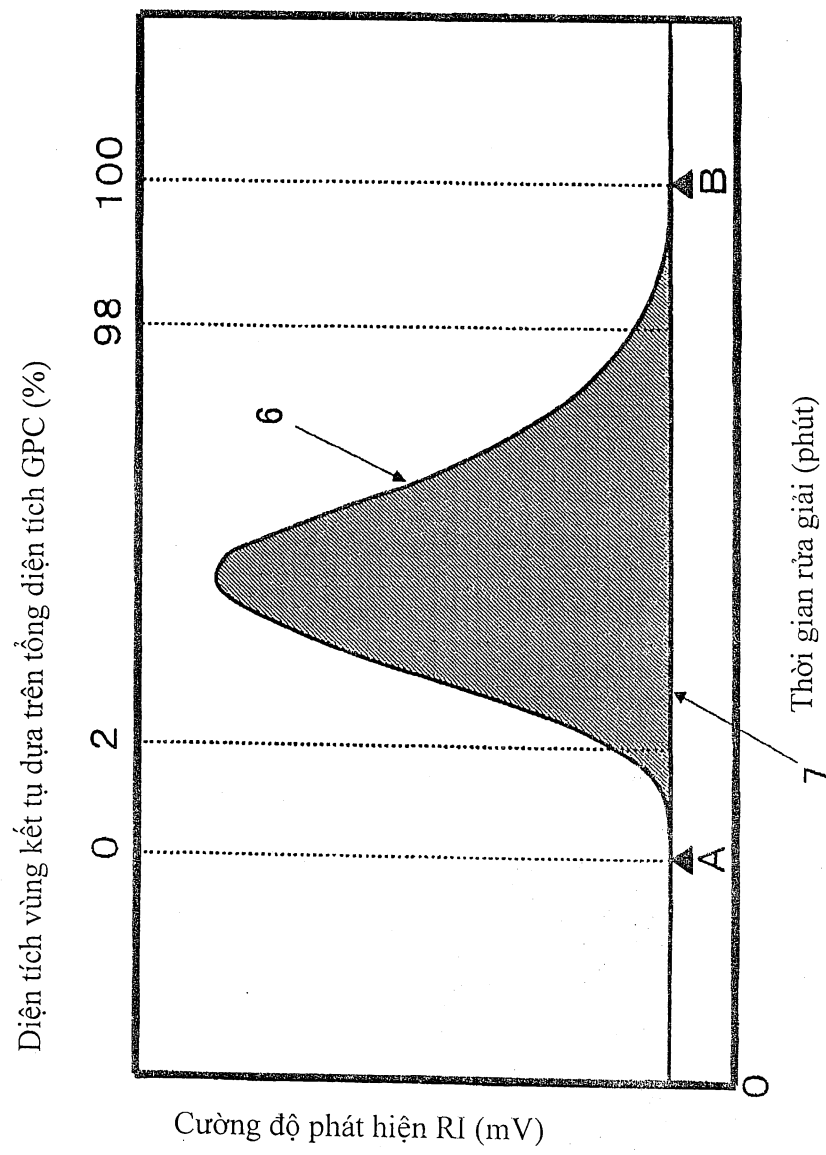


FIG. 3

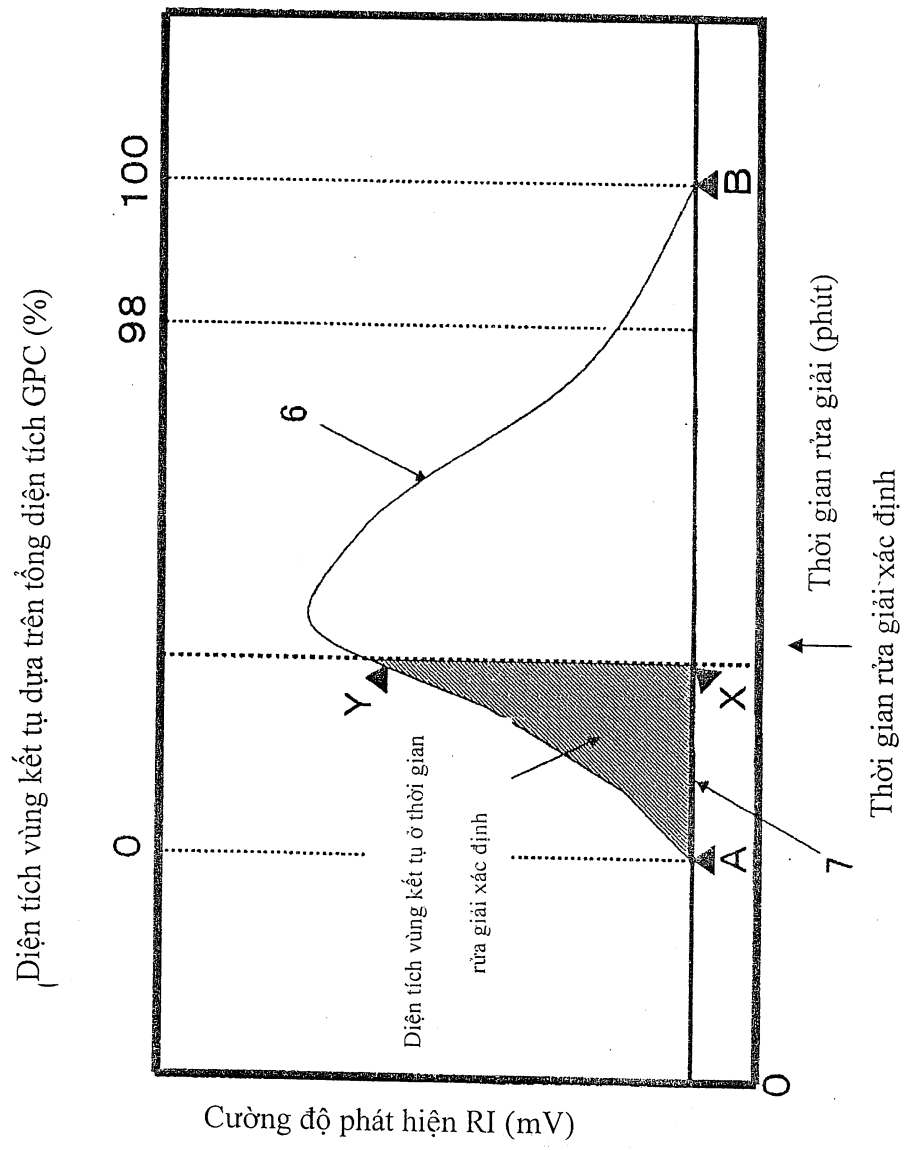


FIG. 4

