



(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) 
1-0020414

(51)⁷ **C08G 69/26, 69/28**

(13) **B**

-
- | | | | | | |
|------|---|------------|------------|-----------------|------------|
| (21) | 1-2012-01470 | (22) | 24.11.2010 | | |
| (86) | PCT/JP2010/070858 | 24.11.2010 | (87) | WO2011/065347A1 | 03.06.2011 |
| (30) | 2009-269760 | 27.11.2009 | JP | | |
| | 2009-269762 | 27.11.2009 | JP | | |
| (45) | 25.02.2019 | 371 | (43) | 27.08.2012 | 293 |
| (73) | MITSUBISHI GAS CHEMICAL COMPANY, INC. (JP)
5-2, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8324 Japan | | | | |
| (72) | KANDA, Tomomichi (JP), KIKUCHI, Minoru (JP), SHINOHARA, Katsumi (JP),
KUROSE, Hideyuki (JP) | | | | |
| (74) | Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD) | | | | |
-

(54) **NHỰA POLYAMIT ĐỒNG TRÙNG HỢP, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT NHỰA NÀY, HỢP PHẦN NHỰA VÀ SẢN PHẨM ĐÚC ĐƯỢC TẠO RA TỪ NHỰA POLYAMIT ĐỒNG TRÙNG HỢP HOẶC HỢP PHẦN NHỰA**

(57) Sáng chế đề cập đến nhựa copolyamit để đúc chứa thành phần diamin gồm hai hoặc nhiều diamin và một thành phần axit dicarboxylic. Thành phần diamin gồm xylylendiamin với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn mà chứa p-xylylendiamin với lượng là 20% mol hoặc lớn hơn và thành phần axit dicarboxylic chứa axit dicarboxylic béo mạch thẳng có 6 đến 18 nguyên tử cacbon với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn. Nhựa copolyamit chứa các hạt có đường kính lớn là 50µm hoặc lớn hơn với lượng là 1000 hạt/g hoặc thấp hơn, các hạt được làm bằng polyamit có điểm nóng chảy cao hơn điểm nóng chảy của nhựa copolyamit khoảng 20°C hoặc lớn hơn khi được đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai. Nhựa copolyamit có các tính chất rất đồng đều và ổn định và có các tính chất cơ học, tính chịu nhiệt, các tính chất hóa lý, và các đặc tính đúc tuyệt vời.

Ngoài ra, sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất nhựa copolyamit, hợp phần nhựa copolyamit và sản phẩm đúc của nhựa copolyamit.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến nhựa copolyamit có tính bền cơ học, tính chịu nhiệt, các tính chất hóa lý và các tính chất đúc tuyệt vời, và chất lượng bên trong của nhựa cực kỳ đồng đều; phương pháp sản xuất nhựa copolyamit; hợp phần nhựa copolyamit; và sản phẩm đúc được tạo ra từ hợp phần nhựa copolyamit. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến nhựa copolyamit chứa thành phần axit dicarboxylic và thành phần diamin có hai hoặc nhiều thành phần kể cả diamin đặc trưng có tính ổn định và đồng nhất cao, và phương pháp sản xuất hữu hiệu nhựa copolyamit này, hợp phần nhựa copolyamit, và sản phẩm đúc được tạo ra từ hợp phần nhựa này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhựa polyamit như nylon 6 và nylon 66 có độ bền cơ học, độ bền hóa học và các tính chất điện, v.v., tuyệt vời và được sử dụng rộng rãi làm vật liệu đúc cho các bộ phận của ô tô, các chi tiết máy, các chi tiết điện hoặc điện tử, v.v.. Trong số nhựa polyamit, polyamit được tạo ra từ m-xylylendiamin và axit adipic (được gọi là “nylon MXD6”) được đặc trưng bởi độ bền cao, độ đàn hồi cao, và sự hấp thụ nước thấp so với nhựa polyamit thông thường, và được sử dụng như sự thay thế cho vật liệu kim loại trong quá trình sản xuất các chi tiết điện tử và bộ phận của ô tô đòi hỏi có trọng lượng nhẹ và kích cỡ nhỏ. Vì vậy, nhu cầu về MXD6 đang ngày càng tăng.

Do tốc độ kết tinh của nylon MXD6 thấp so với tốc độ kết tinh của nylon 6 và nylon 66, nylon MXD6 khi được sử dụng riêng lẻ rất khó kết tinh trong khuôn đúc áp lực, làm cho việc đúc thành mỏng trở nên khó khăn và gây ra các vấn đề về sự biến dạng của sản phẩm đúc và làm giảm độ bền cơ học. Để sử

dụng nylon MXD6 làm vật liệu đúc, đồng thời tránh được những bất lợi này, tài liệu sáng chế 1 đề xuất gia tăng tốc độ kết tinh của nylon MXD6 bằng cách trộn nylon 66 hoặc bột talc có tốc độ kết tinh cao hoặc đề xuất việc cải thiện khả năng đúc của nylon MXD6 bằng cách tăng nhiệt độ đúc. Do sự hấp thụ nước của hợp phần nylon MXD6 trộn với nylon 66 lớn hơn sự hấp thụ nước của riêng nylon MXD6, nên độ bền cơ học bị giảm do sự hấp thụ nước.

Để khắc phục các nhược điểm nêu trên, các tài liệu sáng chế 2 và 3 đề xuất việc trộn chất độn vô cơ với copolyamit có tốc độ kết tinh cao mà được tạo ra bằng cách sử dụng nguyên liệu chính là hỗn hợp m-xylylendiamin và p-xylylendiamin làm thành phần diamine và axit adipic làm thành phần axit dicarboxylic. Việc đúc thành mỏng, vốn đã rất khó khăn bởi việc sử dụng vật liệu đúc thông thường chứa nylon MXD6, đã được thực hiện dễ dàng theo phương pháp được đề xuất. Phương pháp được đề xuất này cũng rút ngắn chu kỳ đúc, làm giảm nhiệt độ đúc, và ngăn chặn việc giảm tính chất cơ học bởi sự hấp thụ nước. Tuy nhiên, khó thu được copolyamit có chất lượng cao đồng nhất bằng phương pháp sản xuất copolyamit đã biết sử dụng p-xylylendiamin, bởi vì copolyamit có điểm nóng chảy cao với hàm lượng p-xylylendiamin cao được tạo ra cục bộ, mặc dù lượng của nó rất nhỏ. Nhựa copolyamit với hàm lượng p-xylylendiamin cao được tạo ra cục bộ không hòa tan trong hệ thống ở nhiệt độ sản xuất và phân tán ở dạng hạt khắp copolyamit được tạo ra mà không làm gia tăng mức độ đồng trùng hợp của nó. Sản phẩm đúc được tạo ra từ polyamit không đồng nhất thu được có tính chất cơ học và tính chịu nhiệt không đồng đều do polyamit có điểm nóng chảy cao được phân tán.

Trong phương pháp sản xuất theo từng mẻ polyamit đã biết có sử dụng muối nylon hoặc dung dịch nước của nó, dung dịch chứa muối nylon được gia nhiệt dưới áp suất trong bình phản ứng đơn cho phép quá trình polyme hóa diễn ra trong pha đồng nhất trong khi ngăn chặn thành phần diamine thoát ra bởi sự bay hơi. Sau khi cố định thành phần diamine, hơi nước trong hệ thống được giải phóng dần dần làm giảm áp suất cuối cùng đến áp suất khí quyển hoặc áp suất

giảm, nhờ đó hoàn thành quá trình polyme hóa. Theo phương pháp này, do dung dịch nước của muối nylon với nồng độ khoảng 50% trọng lượng thường được sử dụng, một lượng lớn nước dung môi và nước ngưng tụ được tiết ra bởi sự ngưng tụ phải được loại bỏ. Vì vậy, cần có biện pháp để chống lại các bất lợi khác nhau, như sự tạo bọt, sự đóng rắn của polyme do sự bay hơi của nước, sự suy giảm nhiệt độ của polyamit mà bám dính vào thành bên trong của bình phản ứng do sự thay đổi lớn về mức chất lỏng trong quá trình phản ứng. Ngoài ra, phương pháp này cần một lượng lớn nhiệt năng để loại bỏ một lượng lớn nước và năng suất từng mẻ đơn của polyamit là nhỏ. Vì vậy, phương pháp này có nhiều vấn đề về kinh tế và kỹ thuật. Cũng khó sản xuất nhựa copolyamit đồng nhất chứa p-xylylendiamin theo phương pháp này, bởi vì polyamit được tạo ra bám vào thành bên trong do sự thay đổi lớn về mức chất lỏng và polyamit có điểm nóng chảy cao được đồng trùng hợp với p-xylylendiamin dễ bị lắng đọng trên cánh khuấy có hiệu quả truyền nhiệt thấp trong quá trình loại bỏ một lượng lớn nước do nước được hồi lưu đến thiết bị phản ứng và nhiệt ẩn của quá trình bay hơi.

Về phương pháp polyme hóa mà không sử dụng muối nylon hoặc dung dịch nước của nó, tài liệu sáng chế 4 bộc lộ phương pháp cho phép phản ứng diễn ra bằng cách bổ sung từ từ thành phần diamin chứa một lượng nước nhỏ vào thành phần axit dicarboxylic ở nhiệt độ 220°C dưới áp suất khí quyển. Theo phương pháp được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 5, hỗn hợp của axit dicarboxylic và diamin được cho phản ứng đa trùng ngưng dưới áp suất khí quyển ở nhiệt độ bắt đầu phản ứng lớn hơn hoặc bằng điểm nóng chảy của axit dicarboxylic. Phản ứng tiếp tục diễn ra bằng cách nâng nhiệt độ phản ứng để duy trì hệ phản ứng chứa hỗn hợp nguyên liệu về cơ bản ở trạng thái nóng chảy đồng nhất. Trước khi tốc độ phản ứng đạt 95%, nhiệt độ của hệ phản ứng được nâng lên đến nhiệt độ lớn hơn hoặc bằng $MP - 30^{\circ}C$, trong đó MP là điểm nóng chảy của copolyamit được tạo thành, nhờ đó kiểm soát được nhiệt độ phản ứng để phản ứng diễn ra trong hệ đồng nhất mà không làm mất tính chảy của nó. Các phương pháp này khác biệt ở chỗ diamin được bổ sung liên tục vào hệ phản ứng

trong khi duy trì hệ phản ứng mà chứa oligoamit và polyamit được tạo thành ở trạng thái nóng chảy đồng nhất. Do phản ứng được tiến hành ở áp suất khí quyển, nên thiết bị dùng cho phản ứng đa trùng ngưng không cần phải có tính chịu áp suất.

So với phương pháp sản xuất polyamit đã biết, phương pháp này giảm nhiều thời gian cần cho phản ứng đa trùng ngưng, do quá trình tăng hoặc giảm áp suất của hệ thống và loại bỏ nước được sử dụng làm dung môi, mà chắc chắn phải có theo phương pháp sử dụng dung dịch nước, là không cần thiết. Ngoài ra, phương pháp này rất thuận lợi để sản xuất nhựa copolyamit, bởi vì phương pháp này không cần nhiệt để cô đặc dung dịch nước, và lượng nạp cho phản ứng đơn lẻ có thể tăng lên, từ đó tăng năng suất. Tuy nhiên, nếu quá trình sản xuất nhựa copolyamit chứa p-xylylendiamin được tiến hành bằng phương pháp này, vấn đề về sự tạo hình hoặc sự tích tụ cục bộ của copolyamit có hàm lượng p-xylylendiamin cao trở nên đáng quan tâm hơn.

Theo phương pháp sản xuất nêu trên, axit dicarboxylic được làm bay hơi từ các chất lỏng axit dicarboxylic nóng chảy trên thành trong của thiết bị polyme hóa và phản ứng với diamine được bay hơi theo cách tương tự, để tạo ra muối nylon hoặc oligome. So với muối giữa m-xylylendiamin và axit dicarboxylic, do muối giữa p-xylylendiamin và axit dicarboxylic ít hòa tan trong nước và hầu như không hòa tan trong nước ngưng tụ được loại bỏ bởi phản ứng và hồi lưu lại hệ phản ứng, muối nylon bao gồm p-xylylendiamin có khả năng tích tụ một cách có chọn lọc. Muối nylon đã tích tụ được cho qua quá trình amin hóa ở trạng thái rắn và chuyển thành oligome có điểm nóng chảy cao không tan trong nước. Nếu oligome tích tụ rơi ra khỏi thành và đi vào trong chất lỏng phản ứng ở giai đoạn trước của quá trình sản xuất, oligome được khử trùng hợp bởi chất lỏng phản ứng trước khi phản ứng hoàn thành, tạo ra sản phẩm đồng nhất. Nếu oligome tích tụ tham gia vào quá trình sản xuất ở giai đoạn sau, do oligome không được trộn đều với chất lỏng phản ứng có độ nhớt cao và không khử trùng hợp hoàn toàn, oligome còn lại trong polyamit dưới dạng tạp chất có điểm nóng

chảy cao. Sản phẩm tích tụ tiếp xúc với nhiệt trong thời gian dài do lặp lại quá trình sản xuất theo từng mẻ trở thành nguyên liệu dạng gel mà không tan được trong polyamit, có khả năng gây ra các đặc tính không đồng nhất và làm giảm các đặc tính.

Trong số các bộ phận của thiết bị polyme hóa, muối nylon hoặc oligome tích tụ chủ yếu trong ống nạp pha hơi bao gồm nước ngưng tụ được tiết ra bởi sự polyme hóa từ bình phản ứng đến bình ngưng tụ riêng và tích tụ trong bình ngưng tụ riêng. Nếu tiếp tục tích tụ, ống dẫn và bình ngưng tụ riêng bị tắc và quá trình sản xuất theo từng mẻ không thể được lặp lại liên tục. Trong quá trình sản xuất polyamit từ diamine và axit dicarboxylic, việc kiểm soát mức cân bằng mol để đạt được mức độ polyme hóa theo mong muốn là rất quan trọng. Do lượng tích tụ trong bình phản ứng thay đổi theo từng mẻ, rất khó kiểm soát chính xác mức cân bằng mol. Do đó, phương pháp sản xuất trong đó thành phần diamine được bổ sung vào thành phần axit dicarboxylic dưới áp suất khí quyển có nhiều bất lợi cho quá trình sản xuất các sản phẩm đồng nhất và đáp ứng yêu cầu.

Tài liệu sáng chế 6 đề cập đến việc bổ sung toàn bộ lượng diamine vào axit dicarboxylic trong một thời gian rất ngắn và cho phép phản ứng thực hiện dưới điều kiện áp suất. Phương pháp này có nhiều bất lợi do sự bổ sung toàn bộ lượng diamine trong một thời gian quá ngắn. Vì lượng lớn nước ngưng tụ được loại bỏ trong thời gian ngắn, nên cần có biện pháp để chống lại sự tạo bọt, thay đổi mức chất lỏng, sự hóa rắn polyme do sự bay hơi của nước, và sự thoát ra của các monome do sự bay hơi. Cụ thể là, cần phải có áp suất cao. Vì vậy, cần tốn thời gian dài để giảm áp suất để cho phép phản ứng diễn ra, bởi vì áp suất cần được giảm trong khi ngăn ngừa sự tạo bọt. Trong suốt quá trình này, polyamit tiếp xúc với nhiệt độ cao trong thời gian dài, điều này thúc đẩy sự phân hủy do oxy hóa các phân tử polyamit và gây ra hiện tượng hóa vàng. Ngoài ra, cần một lượng lớn nhiệt năng trong thời gian ngắn để loại bỏ lượng lớn nước ngưng tụ mà được tiết ra trong thời gian ngắn và duy trì hệ phản ứng ở nhiệt độ đủ để giữ cho toàn bộ hệ phản ứng ở trạng thái lỏng, do đó cần phương tiện gia nhiệt cực

lớn theo lượng polyamit được sản xuất. Do đó, phương pháp được đề xuất này có nhiều nhược điểm về kinh tế và kỹ thuật.

Tài liệu sáng chế 7 đề cập đến phương pháp trong đó thành phần diamin gồm m-xylylendiamin và p-xylylendiamin được bổ sung vào axit adipic, trong khi giảm nồng độ của p-xylylendiamin trong thành phần diamin ở giai đoạn sau của phản ứng. Phương pháp này sử dụng các thành phần diamin khác nhau chứa các thành phần theo các tỷ lệ khác nhau, do đó làm tăng số lượng các trang thiết bị được sử dụng. Ngoài ra, thành phần diamin được bổ sung được thay đổi trong suốt phản ứng, điều này làm phức tạp quá trình vận hành. Do đó, phương pháp này không thể được coi là phương pháp hiệu quả. Vì nồng độ của p-xylylendiamin trong thành phần diamin được sử dụng trong giai đoạn bổ sung đầu là cao, muối nylon và oligome được nêu ở trên có khả năng tích tụ trong thiết bị. Vì vậy, các tính chất không đồng nhất do tạp chất của copolyamit có điểm nóng chảy cao trở nên đáng lưu ý hơn. Như được mô tả trên, đã có nhu cầu tạo ra nhựa copolyamit mà được sản xuất từ thành phần diamin bao gồm p-xylylendiamin và thành phần axit dicarboxylic và có các tính chất tốt và chất lượng ổn định.

Các tài liệu viện dẫn

Tài liệu sáng chế 1: JP 54-32458B

Tài liệu sáng chế 2: JP 7-041670A

Tài liệu sáng chế 3: JP 8-259809A

Tài liệu sáng chế 4: JP 48-12390A

Tài liệu sáng chế 5: JP 1-14925B

Tài liệu sáng chế 6: JP 6-207004A

Tài liệu sáng chế 7: JP 7-324130A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là tạo ra nhựa copolyamit dùng để đúc mà chứa thành phần axit dicarboxylic và thành phần diamine chứa ít nhất hai diamine gồm cả p-xylylendiamine. Nhựa copolyamit có các tính chất nhựa cực kỳ ổn định và đồng nhất và có tính chất cơ học, tính chịu nhiệt, các tính chất hóa học và tính chất vật lý, và các đặc tính đúc tuyệt vời. Sáng chế còn đề xuất phương pháp sản xuất nhựa copolyamit, hợp phần nhựa chứa nhựa copolyamit, và sản phẩm đúc của hợp phần nhựa này.

Nhờ sự nghiên cứu sâu rộng, các tác giả sáng chế đã nhận thấy rằng nhựa copolyamit đặc trưng được sản xuất dưới các điều kiện cụ thể có tính chất bất kỳ trong số các tính cơ học, tính chịu nhiệt, các tính chất hóa học và vật lý, và các đặc tính đúc tuyệt vời. Nhựa copolyamit chứa thành phần diamine gồm hai hoặc nhiều diamine và chứa xylylendiamine với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn mà chứa p-xylylendiamine với lượng là 20% mol hoặc lớn hơn và thành phần axit dicarboxylic gồm axit dicarboxylic béo mạch thẳng có 6 đến 18 nguyên tử cacbon với lượng là 70% mol hoặc nhiều hơn. Nhựa copolyamit được sản xuất dưới các điều kiện mà ngăn chặn sự tạo ra copolyamit có hàm lượng p-xylylendiamine tăng. Sáng chế được hoàn thành dựa vào các phát hiện này.

Do vậy, sáng chế đề xuất:

Nhựa copolyamit chứa thành phần diamine bao gồm hai hoặc nhiều diamine và thành phần axit dicarboxylic,

trong đó thành phần diamine bao gồm xylylendiamine với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn mà chứa p-xylylendiamine với lượng là 20% mol hoặc lớn hơn và thành phần axit dicarboxylic gồm axit dicarboxylic béo mạch thẳng có 6 đến 18 nguyên tử cacbon với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn, và nhựa copolyamit chứa các hạt có đường kính lớn (major diameter) là 50 μ m hoặc lớn hơn với lượng 1000 hạt/g hoặc nhỏ hơn, các hạt này chứa polyamit có điểm nóng chảy

cao hơn điểm nóng chảy của nhựa copolyamit khoảng 20°C hoặc lớn hơn khi được đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC);

Hợp phần nhựa copolyamit bao gồm nhựa copolyamit với lượng là 100 phần trọng lượng, bột talc với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 30 phần trọng lượng, và chất độn vô cơ với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 150 phần trọng lượng;

Sản phẩm đúc chứa hợp phần nhựa copolyamit; và

Phương pháp sản xuất nhựa copolyamit bao gồm thành phần diamin chứa hai hoặc nhiều diamin và thành phần axit dicarboxylic, trong đó thành phần diamin bao gồm xylylendiamin với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn mà chứa p-xylylendiamin với lượng là 20% mol hoặc lớn hơn và thành phần axit dicarboxylic chứa axit dicarboxylic béo mạch thẳng có 6 đến 18 nguyên tử cacbon với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn, và phương pháp này bao gồm bước cho thành phần diamin và thành phần axit dicarboxylic phản ứng đa trùng ngưng khi không có mặt dung môi trong bình phản ứng theo từng mẻ có lắp một bộ ngưng tụ riêng, và tiến hành phản ứng đa trùng ngưng bằng cách bổ sung thành phần diamin vào thành phần axit dicarboxylic nóng chảy một cách liên tục hoặc gián đoạn trong khi duy trì áp suất bên trong của bình phản ứng ở 0,1MPaG hoặc lớn hơn và hệ phản ứng ở nhiệt độ mà cho phép toàn bộ hệ phản ứng được giữ ở trạng thái lỏng, và bằng cách gia nhiệt pha hơi trong bình phản ứng đến nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn điểm nóng chảy muối nylon chứa thành phần diamin và thành phần axit dicarboxylic trước khi bổ sung 80% tổng lượng thành phần diamin, trong đó sau khi kết thúc quá trình bổ sung thành phần diamin, áp suất bên trong của bình phản ứng được giảm đến áp suất khí quyển hoặc thấp hơn với tốc độ giảm áp suất là 0,1 đến 0,6MPa/giờ.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Nhựa copolyamit theo sáng chế có các hiệu quả có lợi như sau:

(i) Nhựa copolyamit có tính chất bất kỳ trong số các tính chất cơ học, tính chịu

nhiệt, các tính chất hóa học và vật lý, và các đặc tính đúc tuyệt vời và chất lượng có được từ các tính chất này là rất ổn định;

(ii) Do nhựa copolyamit được sản xuất bằng phương pháp, trong đó sự bám dính của muối nylon và oligome vào hệ phản ứng và sự thoát ra của thành phần diamine do sự bay hơi được ngăn chặn, sự điều chỉnh chính xác mức cân bằng mol và sự điều chỉnh chính xác mức độ polyme hóa là dễ dàng, thu được nhựa copolyamit có chất lượng tốt và đồng nhất;

(iii) Do nhựa copolyamit được tạo ra bằng phản ứng đa trùng ngưng thành phần diamine và thành phần axit dicarboxylic mà không sử dụng nước làm dung môi, năng suất của nhựa copolyamit trên thể tích là lớn và thời gian phản ứng là ngắn;

(iv) Do ngăn chặn được sự tắc nghẽn bộ ngưng tụ riêng và sự tích tụ polyme trong bình phản ứng, nên quá trình sản xuất theo từng mẻ có thể tiến hành một cách liên tục; và

(v) Do thiết bị polyme hóa có khả năng chịu áp suất cao, nên không cần phải trang bị bộ ngưng tụ riêng với thiết kế phức tạp, và phương tiện gia nhiệt có kích cỡ quá lớn, nên thiết bị sản xuất có giá thành rẻ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các ví dụ về thành phần axit dicarboxylic được sử dụng trong sáng chế bao gồm axit dicarboxylic béo, như axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit pimelic, axit suberic, axit azelaic, axit sebacic, axit undecandioic, và axit dodecandioic, và axit aromatic dicarboxylic, như axit terephthalic, axit isophthalic, và axit 2,6-naphthalen dicarboxylic, và axit adipic và axit sebacic là tốt hơn. Các axit này có thể sử dụng riêng biệt hoặc kết hợp. Thành phần axit dicarboxylic bao gồm axit adipic hoặc axit sebacic với lượng tốt hơn là 70% mol hoặc lớn hơn và tốt hơn nữa là 90% mol hoặc lớn hơn.

Nếu thành phần axit dicarboxylic là axit sebaxic, trong đó nồng độ nguyên tử lưu huỳnh tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 200ppm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 150ppm, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 20 đến 100ppm. Trong các khoảng này, có thể ngăn chặn sự gia tăng về trị số YI của nhựa copolyamit trong suốt quá trình sản xuất nhựa copolyamit. Ngoài ra, có thể ngăn chặn sự gia tăng trị số YI trong quá trình đúc nóng chảy nhựa copolyamit, nên tạo ra được sản phẩm đúc có YI thấp.

Nồng độ nguyên tử natri trong axit sebaxic tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 500ppm, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 300ppm, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 20 đến 200ppm.

Trong các khoảng nêu trên, khả năng phản ứng của nó trong suốt quá trình tổng hợp nhựa copolyamit là tốt, trọng lượng phân tử của nhựa copolyamit được kiểm soát dễ dàng trong phạm vi thích hợp, và lượng hợp chất kim loại kiềm được sử dụng để kiểm soát tốc độ phản ứng amin hóa được mô tả dưới đây có thể được giảm. Ngoài ra, có thể ngăn chặn được sự gia tăng độ nhớt trong quá trình đúc nóng chảy của nhựa copolyamit, để cải thiện khả năng đúc. Đồng thời, ngăn chặn được sự cháy trong khi đúc và gia công, nhờ đó cải thiện được chất lượng sản phẩm đúc thu được. Hơn nữa, có thể tránh được việc nhựa thoái biến bám dính vào khuôn, mà được gây ra trong khuôn khi nhựa copolyamit được trộn với chất độn thủy tinh, v.v..

Axit sebaxic có nguồn gốc từ thực vật là được ưu tiên sử dụng. Vì axit sebaxic có nguồn gốc từ thực vật chứa hợp chất lưu huỳnh và hợp chất natri dưới dạng tạp chất, nhựa copolyamit chứa đơn vị cấu thành của axit sebaxic có nguồn gốc từ thực vật có YI thấp ngay cả khi chất chống oxy hóa không được bổ sung, tạo ra sản phẩm đúc có YI thấp. Axit sebaxic có nguồn gốc từ thực vật tốt hơn là được sử dụng mà không cần được tinh chế ở mức độ cao, nên giảm được chi phí sản xuất.

Thành phần diamine bao gồm xylylendiamin với lượng là 70% mol hoặc

lớn hơn và tốt hơn là 90% mol hoặc lớn hơn. Nếu hàm lượng của hợp phần xylylendiamin là 70% mol hoặc lớn hơn, có thể thu được các tính chất cơ học và tính chịu nhiệt tuyệt vời. Xylylendiamin chứa p-xylylendiamin với lượng là 20% mol hoặc lớn hơn và tốt hơn là 30% mol hoặc lớn hơn. Xylylendiamin tốt hơn là bao gồm hai diamin, m-xylylendiamin và p-xylylendiamin, và hàm lượng của p-xylylendiamin trong xylylendiamin tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 90% mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 65% mol, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30 đến 50% mol. Nếu hàm lượng của p-xylylendiamin trong thành phần diamin nằm trong các khoảng nêu trên, có thể tránh được sự suy giảm nhiệt độ bởi gia nhiệt trong suốt quá trình tổng hợp hoặc đúc của nhựa copolyamit và tính năng đúc là tốt. Nếu hàm lượng của p-xylylendiamin thấp hơn 20% mol, tốc độ kết tinh nhựa copolyamit sau cùng là thấp, do đó làm giảm tính năng đúc, tạo ra sản phẩm đúc biến dạng do sự kết tinh không đủ, và làm giảm độ bền cơ học. Thành phần diamin có thể chứa thêm các diamin khác miễn là hiệu quả của sáng chế mà không ảnh hưởng bất lợi. Diamin khác được lựa chọn từ các diamin béo, chẳng hạn, tetrametylendiamin, pentametylendiamin, hexametylendiamin, 1,7-diaminoheptan, 1,8-diaminooctan, 1,9-diaminononan, và 1,10-diamino decan; các diamin thơm như m-phenylendiamin và p-phenylendiamin; và các diamin béo như 1,3-bis (aminometyl) xyclohexan và 1,4-bis (aminometyl) xyclohexan, và được sử dụng với lượng nhỏ hơn 30% mol của toàn bộ thành phần diamin.

Thành phần để tạo ra nhựa copolyamit có thể khác với thành phần diamin và thành phần axit dicarboxylic có thể là, nhưng không bị giới hạn cụ thể ở, các lactam như caprolactam, valerolactam, laurolactam, và undecalactam; và các axit aminocarboxylic như axit 11-aminoundecanoic và axit 12-aminododecanoic. Các thành phần này có thể được sử dụng riêng biệt hoặc kết hợp hai hoặc nhiều thành phần.

Để ngăn chặn sự mất màu trong quá trình polyme hóa nóng chảy, hợp chất phospho có thể được bổ sung vào nhựa copolyamit. Các ví dụ về hợp chất

phospho bao gồm hợp chất hypophosphorơ, như axit hypophosphorơ và muối hypophosphorơ; hợp chất phosphorơ, như axit phosphorơ, muối phosphorơ, và este phosphorơ; và hợp chất phosphoric như axit phosphoric, muối phosphoric, và este phosphoric. Các ví dụ về muối hypophosphorơ bao gồm kali hypophosphit, natri hypophosphit, canxi hypophosphit, magie hypophosphit, mangan hypophosphit, niken hypophosphit, và coban hypophosphit. Các ví dụ về muối phosphorơ bao gồm kali phosphit, natri phosphit, canxi phosphit, magie phosphit, mangan phosphit, niken phosphit, và coban phosphit. Các ví dụ về este phosphorơ bao gồm metyl phosphit, etyl phosphit, isopropyl phosphit, butyl phosphit, hexyl phosphit, isodexyl phosphit, dexyl phosphit, stearyl phosphit, và phenyl phosphit. Các ví dụ về muối phosphoric bao gồm kali phosphat, natri phosphat, canxi phosphat, magie phosphat, mangan phosphat, niken phosphat, và coban phosphat. Các ví dụ về este phosphoric bao gồm metyl phosphat, etyl phosphat, isopropyl phosphat, butyl phosphat, hexyl phosphat, isodexyl phosphat, dexyl phosphat, stearyl phosphat, và phenyl phosphat. Các chất chống oxy hóa chứa phospho này có thể sử dụng riêng biệt hoặc kết hợp. Hợp chất phospho có thể được bổ sung vào nguyên liệu của nhựa copolyamit, tức là, thành phần diamin hoặc thành phần axit dicarboxylic hoặc có thể được bổ sung vào hệ phản ứng, mặc dù không giới hạn ở đó. Để ngăn chặn sự kết tụ hợp chất phospho trong nhựa copolyamit và mỗi phản ứng bất thường được gây ra bởi sự suy thoái do nhiệt, hợp chất kim loại kiềm hoặc hợp chất kim loại kiềm thổ có thể được sử dụng kết hợp. Các ví dụ về của chúng bao gồm natri hydroxit, canxi hydroxit, kali hydroxit, magie hydroxit, và hợp chất kim loại kiềm hoặc hợp chất kim loại kiềm thổ của axit cacbonic, axit boric, axit axetic, axit propionic, axit butyric, axit isobutyric, axit crotonic, axit valeric, axit caproic, axit isocaproic, axit enanthic, axit caprylic, axit pelargonic, axit stearic, axit xyclopentancarboxylic, axit xyclohexancarboxylic, axit hydroxinnamic, axit γ -phenyl butyric, axit p-phenoxybenzoic, axit o-oxyinnamic, axit o- β -clophenyl propionic, và axit m-clophenyl propionic, mặc dù không giới hạn ở đó.

Nhựa copolyamit theo sáng chế chứa các hạt có đường kính lớn là 50 μ m hoặc lớn hơn mà chứa polyamit có điểm nóng chảy cao hơn so với nhựa copolyamit khoảng 20°C hoặc lớn hơn khi đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC) ở lượng 1000 hạt/g hoặc ít hơn, tốt hơn là 800 hạt/g hoặc ít hơn, và tốt hơn nữa 600 hạt/g hoặc ít hơn. Trong các khoảng trên, thu được nhựa copolyamit có tính chất cơ học và tính chịu nhiệt tuyệt vời.

Ở các hạt có đường kính lớn là 50 μ m hoặc lớn hơn và chứa polyamit có điểm nóng chảy cao hơn so với nhựa copolyamit khoảng 20°C hoặc cao hơn, mà được chứa trong nhựa copolyamit ở lượng 1000 hạt/g hoặc ít hơn, hàm lượng của các hạt có đường kính lớn nằm trong khoảng từ 50 đến 99 μ m tốt hơn là 500 hạt/g hoặc ít hơn, hàm lượng của các hạt có đường kính lớn nằm trong khoảng từ 100 đến 199 μ m tốt hơn là 500 hạt/g hoặc ít hơn, và hàm lượng của các hạt có đường kính lớn 200 μ m hoặc lớn hơn tốt hơn là 100 hạt/g hoặc ít hơn. Theo phương án ưu tiên nữa, hàm lượng của các hạt có đường kính lớn nằm trong khoảng từ 50 đến 99 μ m là 400 hạt/g hoặc ít hơn, hàm lượng của các hạt có đường kính lớn nằm trong khoảng từ 100 đến 199 μ m là 400 hạt/g hoặc ít hơn, và hàm lượng của các hạt có đường kính lớn là 200 μ m hoặc lớn hơn là 80 hạt/g hoặc ít hơn. Theo phương án ưu tiên hơn, hàm lượng của các hạt có đường kính lớn nằm trong khoảng từ 50 đến 99 μ m là 300 hạt/g hoặc ít hơn, hàm lượng của các hạt có đường kính lớn nằm trong khoảng từ 100 đến 199 μ m là 300 hạt/g hoặc ít hơn, và hàm lượng của các hạt có đường kính lớn 200 μ m hoặc lớn hơn là 60 hạt/g hoặc ít hơn.

Hàm lượng của các hạt chứa thành phần polyamit có điểm nóng chảy cao trong nhựa copolyamit được xác định bằng cách, nhưng không bị giới hạn cụ thể ở, sự tạo hình nhựa copolyamit nóng chảy ở nhiệt độ lớn hơn điểm nóng chảy của nó khoảng 10°C thành màng đúc mỏng, chụp ảnh màng đúc mỏng bằng camera cảm biến dòng CCD, và xử lý hình ảnh nhờ sử dụng phần mềm.

Thông thường, sự tổng hợp và xử lý đúc polyamit được thực hiện, nếu

không bị giới hạn ở các yếu tố khác, ở khoảng nhiệt độ quanh điểm nóng chảy của nó đến điểm nóng chảy + 20°C để cho phép polyamit nóng chảy hoàn toàn và ngăn chặn sự suy thoái do nhiệt. Trong quá trình sản xuất nhựa copolyamit có hợp phần được xác định theo sáng chế, polyamit có điểm nóng chảy lớn hơn so với nhựa copolyamit mong muốn khoảng 20°C hoặc lớn hơn có thể được tạo ra. Polyamit có điểm nóng chảy cao còn lại trong hệ thống không được làm nóng chảy trong quá trình tổng hợp và quá trình đúc. Sản phẩm đúc được tạo ra từ sản phẩm không đồng nhất chứa polyamit có điểm nóng chảy cao bị suy thoái, các tính chất cơ học và tính chịu nhiệt không đồng đều bởi vì polyamit có điểm nóng chảy cao bị phân tán. Thậm chí nếu nhiệt độ của quá trình đúc được nâng lên đủ để nóng chảy hoàn toàn polyamit có điểm nóng chảy cao, thì khó có thể thu được hệ đồng nhất hoàn toàn, và nhựa copolyamit bị thoái biến bởi nhiệt quá mức làm giảm các tính chất cơ học và tính chịu nhiệt của nó.

Số lượng và kích thước của các hạt có điểm nóng chảy cao trong nhựa copolyamit có thể được xác định bằng cách: tạo ra sản phẩm đúc, như sản phẩm được tạo hình, màng mỏng, tấm, và chai lọ, bằng phương pháp đúc áp lực hoặc đúc ép đùn đã biết trong khi thiết lập nhiệt độ đúc hoặc đặt trực cán thấp để cho phép nhựa copolyamit nóng chảy được làm nguội và được hóa rắn ở trạng thái vô định hình, và quan sát bằng mắt thường sản phẩm đúc hoặc xử lý hình ảnh của sản phẩm đúc bằng máy ảnh CCD sử dụng phần mềm xử lý ảnh. Điểm nóng chảy của các hạt trong sản phẩm đúc thu được có thể được xác định bằng cách phân tích DSC đối với các hạt thu được từ sản phẩm đúc bằng cách cắt, v.v, nhờ đó xác định xem hạt có phải là các vật thể lạ có điểm nóng chảy cao hay không.

Độ nhớt tương đối của nhựa copolyamit ở 25°C tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,80 đến 4,20, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,90 đến 3,50, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,95 đến 3,00 khi được đo trong axit sulfuric đậm đặc 96% ở nồng độ 1g/100mL. Nếu nhỏ hơn 1,80, sản phẩm đúc của nhựa copolyamit có độ bền cơ học không đủ cũng như tính chịu hấp thụ nước, tính bền hóa chất, và tính chịu sự lão hóa do nhiệt giảm. Ngoài ra, độ nhớt nóng chảy

giảm mạnh có khả năng gây ra sự phồng lên của khuôn đúc, sự nóng chảy và đúc không đều trong suốt quá trình nấu chảy và đúc. Nếu là 1,80 hoặc cao hơn, sản phẩm đúc của nhựa copolyamit có đủ độ bền cơ học và nâng cao tính chịu hấp thụ nước, tính chịu hóa chất, và tính chịu sự lão hóa do nhiệt.

Có thể thu được một cách dễ dàng nhựa copolyamit có độ nhớt tương đối là 1,80 hoặc lớn hơn bằng cách tiếp tục polyme hóa nóng chảy cho đến khi độ nhớt tương đối đạt đến giá trị định trước. Tuy nhiên, nếu thời gian polyme hóa nóng chảy (thời gian phản ứng) là quá dài, phân tử polyamit có thể bị tổn hại hoặc phản ứng bất thường (tạo thành polyme ba chiều), như sự phát triển phân tử không phải mạch thẳng, có thể xảy ra, dẫn đến sự hình thành các sản phẩm mất màu và gel. Cụ thể, khó có thể tránh được phản ứng bất thường khi độ nhớt tương đối vượt quá 4,20. Ngoài ra, độ nhớt nóng chảy cực cao làm cho quá trình đúc trở nên khó khăn. Nhựa copolyamit chứa lượng lớn sản phẩm mất màu và gel thể hiện sự gia tăng bất thường về độ nhớt và có độ ổn định thấp về độ nhớt trong khi duy trì ở trạng thái nóng chảy, do đó làm suy giảm đáng kể khả năng đúc, ngoài ra, sản phẩm đúc thu được có các tính chất kém như tính chịu sự hấp thụ nước, tính chịu hóa chất, và tính chịu sự lão hóa do nhiệt.

Nhựa copolyamit được sản xuất bằng phương pháp đa trùng ngưng thành phần diamine và thành phần axit dicarboxylic không có mặt dung môi trong bình phản ứng phân đoạn có lắp một bộ ngưng tụ riêng, trong đó thành phần diamine được bổ sung vào thành phần axit dicarboxylic nóng chảy một cách liên tục hoặc gián đoạn trong khi duy trì áp suất bên trong bình phản ứng không đổi khoảng 0,1MPaG hoặc lớn hơn và giữ hệ phản ứng ở nhiệt độ mà cho phép toàn bộ hệ phản ứng được giữ ở trạng thái lỏng, và pha hơi trong bình phản ứng được gia nhiệt đến nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn điểm nóng chảy của muối nylon chứa các nguyên liệu thô trước khi 80% của toàn bộ lượng thành phần diamine được bổ sung.

Trong phương pháp sản xuất theo sáng chế, bình phản ứng phân đoạn có

lắp một thiết bị khuấy và bộ ngưng tụ riêng và được thiết kế chịu được áp lực được sử dụng. Để kiểm soát nhiệt độ của pha hơi trong bình phản ứng, ống nối pha hơi trong bình phản ứng và bộ ngưng tụ riêng tốt hơn là có lắp một phương tiện cách nhiệt hoặc gia nhiệt thích hợp, như vỏ môi trường gia nhiệt. Để ngăn chặn thành phần diamin và thành phần axit dicarboxylic thoát ra do bay hơi, bề mặt truyền nhiệt của bộ ngưng tụ riêng tốt hơn là có thể điều chỉnh được nhiệt độ.

Mức cân bằng mol của nguyên liệu được nạp không bị giới hạn cụ thể, bởi vì nhựa copolyamit có mức cân bằng mol mong muốn (chứa nhiều thành phần diamin, nhiều thành phần axit dicarboxylic, và đẳng mol) có thể được sản xuất trong phương pháp sản xuất theo sáng chế. Mức cân bằng mol của nguyên liệu cần được nạp được kiểm soát, ví dụ, bằng phép đo thành phần axit dicarboxylic nóng chảy cùng với bình nấu chảy, cung cấp axit dicarboxylic nóng chảy vào bình phản ứng, và bổ sung thành phần diamin trong bình dự trữ vào hệ phản ứng trong khi đang đo lường được bổ sung. Thành phần diamin và thành phần axit dicarboxylic có thể đo bằng cách thiết bị đo trọng lượng, chẳng hạn như cảm biến tải trọng và cân.

Phương pháp sản xuất nhựa copolyamit theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dưới đây. Trước tiên, thành phần axit dicarboxylic được nạp vào bình phản ứng và sau đó áp suất bên trong bình phản ứng được nâng lên đến mức định trước lớn hơn hoặc bằng 0,1MPaG và được giữ ở 0,1MPaG hoặc cao hơn. Để tránh sự mất màu của nhựa copolyamit do oxy hóa, tốt hơn là thay thế khí quyển bên trong bình phản ứng đầy đủ khí trơ, như nitơ, trước khi nạp thành phần axit dicarboxylic vào bình phản ứng. Tốt hơn nữa là nấu chảy axit dicarboxylic ở khí quyển khí trơ. Thành phần axit dicarboxylic có thể được nóng chảy trong bình phản ứng bằng cách gia nhiệt tới điểm nóng chảy của nó hoặc cao hơn. Ngoài ra, thành phần axit dicarboxylic có thể được nóng chảy trong bình khác chỉ dùng để nấu chảy (bình nấu chảy) bằng cách gia nhiệt và sau đó thành phần axit dicarboxylic nấu chảy được nạp vào bình phản ứng. Để gia tăng hiệu suất của

bình phản ứng, nên sử dụng thùng nấu chảy.

Tốt hơn là, để tăng áp suất bên trong bình phản ứng tới áp suất định trước nêu trên trước khi bắt đầu bổ sung thành phần diamin vào thành phần axit dicarboxylic trong bình phản ứng. Sau khi đạt được áp suất định trước, tốt hơn là giữ áp suất bên trong của bình phản ứng không đổi ở áp suất định trước. Nếu áp suất thay đổi trong suốt phản ứng, nhiệt độ hơi bão hòa và tốc độ tuyến tính của khí đi qua bộ ngưng tụ riêng cũng thay đổi. Vì vậy, khó ngăn chặn sự tách của bộ ngưng tụ riêng thành nước ngưng tụ và các nguyên liệu thô giảm, và các nguyên liệu thô, cụ thể là thành phần diamin, thoát ra khỏi hệ phản ứng, do đó khó kiểm soát sự cân bằng mol. Do đó, không nên gia tăng áp suất bên trong đến áp suất định trước sau khi bắt đầu bổ sung thành phần diamin. Áp suất bên trong bình phản ứng có thể được nâng lên bằng cách nạp khí trơ như nitơ, hoặc hơi nước. Áp suất định trước tốt hơn là được chọn sao cho nhiệt độ hơi nước bão hòa ở áp suất bên trong bình phản ứng trong khi bổ sung diamin là 150°C hoặc thấp hơn. Áp suất định trước phụ thuộc vào các loại thành phần diamin và thành phần axit dicarboxylic được sử dụng, và tốt hơn nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,4 MPaG.

Sau khi áp suất bên trong của bình phản ứng đạt áp suất định trước, thành phần diamin được bổ sung vào thành phần axit dicarboxylic một cách liên tục hoặc gián đoạn trong khi duy trì áp suất bên trong không đổi ở áp suất định trước và duy trì hệ phản ứng ở nhiệt độ đủ để giữ cho toàn bộ hệ phản ứng ở trạng thái lỏng. Trong khi bổ sung thành phần diamin vào thành phần axit dicarboxylic, axit dicarboxylic được gia nhiệt tốt hơn là đến 150°C hoặc lớn hơn trong đó phản ứng amin hóa được cho phép diễn ra, và đồng thời, hệ phản ứng được giữ tốt hơn ở nhiệt độ cho phép oligome và/hoặc polyamit phân tử lượng thấp nóng chảy được sản xuất, nhờ đó duy trì toàn bộ hệ phản ứng ở trạng thái lỏng. Điều kiện tiến hành thông thường ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 180 đến 310°C và tốt hơn là nhiệt độ nằm trong khoảng từ 180 đến 290°C.

Việc bổ sung được tiến hành bằng cách bổ sung thành phần diamin vào thành phần axit dicarboxylic nóng chảy trong bình phản ứng một cách liên tục hoặc gián đoạn có khuấy trong khi tăng dần nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng để duy trì toàn bộ hỗn hợp phản ứng ở trạng thái lỏng.

Tốc độ tăng nhiệt độ tùy thuộc vào nhiệt độ của phản ứng amit hóa, ản nhiệt bay hơi của nước ngưng tụ, và nhiệt năng được cấp. Vì vậy, tốc độ bổ sung thành phần diamin được điều chỉnh một cách thích hợp sao cho nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng khi hoàn tất việc bổ sung tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn điểm nóng chảy của nhựa copolyamit nhưng thấp hơn (điểm nóng chảy + 35°C), tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng điểm nóng chảy của nhựa copolyamit nhưng thấp hơn (điểm nóng chảy + 15°C), và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng (điểm nóng chảy + 5°C) nhưng thấp hơn (điểm nóng chảy + 10°C). Điểm nóng chảy, sau đây, được gọi là nhiệt độ của đỉnh hấp thụ nhiệt do sức nóng tinh thể được quan sát trong thiết bị đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC), v.v.. Điểm nóng chảy của hệ phản ứng có thể được xác định bởi DSC, v.v..

Theo sáng chế, nhiệt độ của pha hơi trong bình phản ứng được nâng lên đến nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn điểm nóng chảy của muối nylon của các nguyên liệu trước khi bổ sung 80% của tổng lượng thành phần diamin, tốt hơn là trước khi bổ sung 70% của tổng lượng thành phần diamin, và tốt hơn nữa trước khi bổ sung 60% của tổng lượng thành phần diamin.

Trong quá trình bổ sung thành phần diamin, ngoài nước ngưng tụ được tiết ra, còn có hơi của diamin và axit dicarboxylic có trong pha hơi trong bình phản ứng. Do điểm ngưng tụ của xylylendiamin và axit dicarboxylic lớn hơn của nước, xylylendiamin và axit dicarboxylic được ngưng tụ dễ dàng ở thành bên trong của thiết bị để tạo ra muối nylon. Nếu nhiệt độ pha hơi thấp hơn điểm nóng chảy của muối nylon, muối nylon rắn được tích tụ trên thành quanh pha hơi. Sự amit hóa của muối nylon tích tụ dẫn đến oligome polyamit có điểm nóng chảy cao, làm cho có thể quan sát thấy sự tích tụ. Nếu nhựa copolyamit có p-

xylylendiamin có hàm lượng lớn hơn mong đợi được tạo ra cục bộ và đưa vào trong chất lỏng phản ứng trong suốt quá trình sản xuất, các tính chất của nhựa copolyamit thu được như các tính chất cơ học và tính chịu nhiệt, trở nên không đồng đều.

Do muối nylon thường hòa tan đến một mức độ nhất định trong nước, trong một số trường hợp, nó có thể hữu hiệu trong việc ngăn chặn sự tích tụ muối nylon để gia tăng lượng nước ngưng tụ hồi lưu trong quá trình sản xuất. Tuy nhiên, nhiệt bổ sung và thời gian bổ sung để tăng nhiệt độ là cần thiết cho sự tái bay hơi nước hồi lưu. Ngoài ra, polyamit bị thoái hóa bởi sự gia nhiệt riêng phần do sự truyền nhiệt quá mức. Trong quá trình sản xuất nhựa nhựa copolyamit theo sáng chế chứa thành phần p-xylylendiamin, muối nylon ít hòa tan trong nước. Vì vậy, sự gia tăng lượng nước hồi lưu là không hữu hiệu. Dưới các điều kiện phản ứng để gia tăng lượng nước hồi lưu, nhiệt độ nước hồi lưu được hạ xuống để giảm độ hòa tan trong nước của muối nylon, điều này làm cho khó đạt được hiệu quả mong đợi. Vì vậy, khó ngăn chặn polyamit có điểm nóng chảy cao đọng lại trong thiết bị và đi vào nhựa copolyamit. Theo phương pháp sản xuất nhựa copolyamit theo sáng chế, nhiệt độ của nước hồi lưu được gia tăng do bên trong bình phản ứng được điều áp, kết quả là làm tăng độ tan của muối nylon trong nước. Tuy nhiên, do hàm lượng của nước trong chất lỏng hồi lưu là nhỏ, nên khó hòa tan hoặc rửa hết muối nylon hoàn toàn chỉ bằng nước trong chất lỏng hồi lưu.

Nhờ sự nghiên cứu sâu rộng xét đến việc ngăn chặn sự tích tụ polyamit có điểm nóng chảy cao trong thiết bị trong suốt quá trình sản xuất và tạp chất của nó đi vào trong nhựa copolyamit, nhận thấy rằng sự tích tụ có thể được ngăn chặn hiệu quả và nhanh chóng bằng cách làm nóng chảy muối nylon và rửa hết muối nylon nóng chảy bằng chất lỏng hồi lưu chủ yếu chứa diamin trước khi quá trình bổ sung diamin hoàn tất, thay cho phương pháp thông thường được áp dụng, tức là, bằng cách rửa hết muối nylon bằng nước ngưng tụ được hồi lưu lại hệ thống. Sáng chế là dựa trên phát hiện này.

Do đó, theo sáng chế, nhiệt độ của pha hơi trong bình phản ứng được nâng lên đến nhiệt độ lớn hơn hoặc bằng điểm nóng chảy của muối nylon bao gồm các nguyên liệu trước khi 80% của tổng lượng thành phần diamin được bổ sung. Điểm nóng chảy của muối nylon có thể được xác định bằng phương pháp được mô tả dưới đây. Bằng cách nâng nhiệt độ tới điểm nóng chảy của muối nylon hoặc lớn hơn trước khi bổ sung 80%, muối nylon tích tụ tan chảy và muối nylon nóng chảy được hồi lưu nhanh chóng vào chất lỏng phản ứng cùng với chất lỏng hồi lưu. Do muối nylon được hồi lưu được phân tán đều khắp chất lỏng phản ứng của các bước sản xuất tiếp theo, nhựa copolyamit có các tính chất tốt được sản xuất mà không có sự thay đổi về chất lượng. Ngay cả khi pha hơi đạt đến nhiệt độ lớn hơn hoặc bằng điểm nóng chảy của muối nylon sau khi bổ sung 80%, hiệu quả chỉ đạt được ở mức độ nhất định nếu sự bổ sung vẫn chưa hoàn tất. Tuy nhiên, do độ nhớt của chất lỏng phản ứng tăng lên khi quá trình đa trùng ngưng diễn ra, nên khó phân tán đồng nhất muối nylon. Vì vậy, muối nylon không được phản ứng hoàn toàn có thể có trong nhựa copolyamit thu được dưới dạng polyamit có điểm nóng chảy cao. Nếu đạt được sau khi hoàn tất việc bổ sung diamin, không thể thu được hiệu quả rửa bằng chất lỏng hồi lưu và độ nhớt của chất lỏng phản ứng trở nên quá cao, làm cho không thể tránh được việc tạp chất của polyamit có điểm nóng chảy cao đi vào nhựa copolyamit.

Nước ngưng tụ được được tiết ra khi phản ứng ngưng tụ diễn ra được loại bỏ khỏi hệ phản ứng bằng cách chưng cất qua bộ ngưng tụ riêng và sau đó là thiết bị làm lạnh. Nhiệt độ bên trong của bộ ngưng tụ riêng tốt hơn là được kiểm soát ở nhiệt độ 150°C hoặc thấp hơn. Thành phần diamin và thành phần axit dicarboxylic bay hơi cùng với nước ngưng tụ được tách ra khỏi hơi nước trong bộ ngưng tụ riêng và được hồi lưu đến bình phản ứng. Trong quy trình sản xuất liên tục trong đó nhiệt độ bên trong của bộ ngưng tụ riêng được đặt ở nhiệt độ lớn hơn 150°C, oligome polyamit không tan trong nước ngưng tụ đọng lại trong bộ ngưng tụ riêng. Quy trình sản xuất phân đoạn được lặp lại làm tăng lượng oligome tích tụ trong bộ ngưng tụ riêng và cuối cùng làm tắc bộ ngưng tụ

riêng, do đó làm cho quá trình sản xuất phân đoạn liên tục trở nên khó khăn.

Xét theo khía cạnh hiệu quả loại bỏ nước ngưng tụ mà được tiết ra khi phản ứng ngưng tụ diễn ra khỏi hệ phản ứng bằng cách chưng cất, nhiệt độ bên trong bộ ngưng tụ riêng tốt hơn là thấp hơn 150°C và nằm trong khoảng từ nhiệt độ hơi nước bão hòa đến nhiệt độ 5°C lớn hơn nhiệt độ hơi bão hòa. Nếu nhiệt độ bên trong bộ ngưng tụ riêng lớn hơn nhiệt độ hơi bão hòa, lượng hơi lưu từ bộ ngưng tụ riêng giảm và không thể thu được hiệu quả rửa muối nylon hoặc oligome bám dính ở bộ ngưng tụ riêng như dự kiến. Nếu nhiệt độ bên trong bộ ngưng tụ riêng thấp hơn nhiệt độ hơi bão hòa, lượng nước có thể ngưng tụ hơi lưu tăng lên. Do lượng lớn nước có thể ngưng tụ hơi lưu hệ phản ứng làm giảm nhiệt độ của hỗn hợp phản ứng, cần bổ sung nhiệt năng. Nhiệt độ của pha hơi cũng tăng làm cho sự tích tụ của muối nylon và oligome đáng kể và không thể tránh khỏi việc tạp chất polyamit có điểm nóng chảy cao đi vào nhựa copolyamit. Ngoài ra, polyme đóng rắn và đọng lại bởi ẩn nhiệt bay hơi của nước, vì vậy, không thể duy trì trạng thái nóng chảy trong một số trường hợp. Tốt hơn là chọn áp suất thích hợp của bình phản ứng để đạt được nhiệt độ tối ưu bên trong bộ ngưng tụ riêng. Nếu áp suất bên trong bình phản ứng là $0,3\text{MPaG}$, nhiệt độ bên trong bộ ngưng tụ riêng có thể được điều chỉnh nằm trong khoảng 143 đến 148°C .

Sau khi hoàn thành việc bổ sung thành phần diamin, áp suất bên trong bình phản ứng giảm tới áp suất khí quyển hoặc thấp hơn. Áp suất được giảm tốt hơn là nhỏ hơn áp suất khí quyển để loại bỏ hơi nước trong pha hơi khỏi hệ phản ứng, điều này làm thay đổi trạng thái cân bằng amin hóa tới phía sản phẩm để tiếp tục gia tăng mức độ polyme hóa. Trong quá trình giảm áp suất, nhiệt độ được duy trì để giữ cho toàn bộ hệ phản ứng ở trạng thái lỏng. Tốc độ giảm áp suất được lựa chọn để ngăn chặn sự tạo bọt của polyamit tạo ra và tốt hơn là nằm trong khoảng từ $0,1$ đến $0,6\text{MPa/giờ}$, nhưng tùy thuộc vào kích thước của bình phản ứng và áp suất trước khi giảm. Nếu lớn hơn $0,6\text{MPa/giờ}$, bề mặt chất lỏng dâng lên do sự tạo bọt và polyme bám dính vào thành bên của bình phản

ứng, cánh khuấy, v.v.. Do polyme bám dính không hòa tan trong quá trình sản xuất phân đoạn tiếp theo, lượng bám dính tăng lên cùng với sự sản xuất phân đoạn liên tục và polyme bám dính được tiếp xúc với nhiệt. Nếu polyme bám dính rơi ra khỏi thành hoặc cánh khuấy và đi vào trong polyme, chất lượng của copolyamit thu được bị giảm hoặc cánh khuấy có thể bị gãy. Nếu thấp hơn 0,1MPa/giờ, gây ra các bất lợi như sự hóa vàng của polyamit do sự gia tăng nhiệt độ và làm giảm hiệu suất.

Sau khi hoàn thành sự bổ sung thành phần diamine và trước khi giảm áp suất, áp suất bên trong của bình phản ứng được giữ ở áp suất định trước tốt hơn là trong thời gian 5 phút đến 3 giờ và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 phút đến một giờ, trong khi duy trì nhiệt độ để giữ cho toàn bộ hệ phản ứng ở trạng thái lỏng. Ở giai đoạn đầu của sự bổ sung thành phần diamine, nhóm cacboxyl có mặt với lượng quá lớn so với thành phần diamine và tốc độ phản ứng, tức là, tốc độ cố định thành phần diamine là quá cao. Do lượng đáng kể của nhóm cacboxyl được dùng tại thời điểm mà sự bổ sung được hoàn tất, tốc độ cố định của thành phần diamine giảm mạnh so với tốc độ ở giai đoạn bổ sung ban đầu. Hiệu quả khuấy hỗn hợp phản ứng giảm cùng với sự gia tăng mức độ polyme hóa, điều này gây bất lợi cho sự cố định thành phần diamine. Thành phần diamine không cố định còn lại trong hỗn hợp phản ứng hoặc trong pha hơi trong hệ phản ứng. Thành phần diamine được ngưng tụ trong bộ ngưng tụ riêng được hồi lưu hỗn hợp phản ứng. Bằng cách duy trì áp suất định trước trong vòng ít nhất là 5 phút sau khi hoàn thành việc bổ sung thành phần diamine, thành phần diamine còn lại được cố định và mức cân bằng mol nạp vào ban đầu được phản ánh một cách chính xác bởi mức cân bằng mol của polyamit tạo thành. Giới hạn trên của thời gian để duy trì ở áp suất định trước không được xác định một cách hoàn toàn bởi vì nó tùy thuộc vào mức độ cố định của thành phần diamine. Tuy nhiên, không thu được tác dụng bổ sung bằng cách duy trì áp suất định trước dài hơn mức cần thiết sau khi hoàn thành việc cố định của thành phần diamine, thay vào đó, gây ra các bất lợi, như quá trình tăng nhiệt độ và giảm năng suất. Vì vậy, áp suất định

trước nói chung được duy trì trong thời gian khoảng 3 giờ hoặc ngắn hơn.

Sau khi giảm áp suất, polyamit thu được được xả ra khỏi bình phản ứng tốt hơn là dưới áp suất khí trơ như nitơ. Theo sáng chế, vì muối nylon và oligome còn lại một ít trong bình phản ứng sau khi xả polyamit được tạo ra, bình phản ứng sẵn sàng được sử dụng cho phản ứng phân đoạn tiếp theo, nhờ đó đạt được quá trình sản xuất phân đoạn liên tục. Do đó polyamit thu được có thể tùy thuộc vào sự polyme hóa ở trạng thái rắn để polyme hóa tiếp để thu được polyamit có phân tử lượng cao hơn. Ngoài ra, polyamit thu được có thể được cấp vào thiết bị polyme hóa liên tục ở trạng thái nóng chảy để polyme hóa tiếp polyamit có phân tử lượng cao hơn.

Hợp phần nhựa copolyamit theo sáng chế chứa nhựa copolyamit nêu trên, bột talc và chất độn vô cơ. Chất độn vô cơ có thể được lựa chọn từ các chất độn thông thường được sử dụng trong các hợp phần nhựa đã biết mà không bị giới hạn cụ thể, ví dụ, được chọn từ chất độn dạng bột, chất độn dạng sợi, chất độn dạng hạt, và chất độn dạng vảy. Chất độn vô cơ có thể được sử dụng kết hợp. Xét theo khía cạnh tính chất cơ học, v.v., lượng hỗn hợp chất độn vô cơ tốt hơn nằm trong khoảng từ 10 đến 150 phần trọng lượng trên 100 phần trọng lượng của nhựa copolyamit.

Các ví dụ về chất độn dạng sợi bao gồm sợi thủy tinh, sợi đơn tinh thể của kali titanat và canxi sulfat, sợi cacbon, và sợi nhôm oxit. Chất độn dạng bột có kích thước hạt tốt hơn là 100 μ m hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa 80 μ m hoặc nhỏ hơn, và các ví dụ về các chất độn bao gồm kaolinit, silic oxit, cacbonat, như canxi cacbonat và magie cacbonat, sulfat, như canxi sulfat và magie sulfat, sulfid, và oxit kim loại.

Bột talc có thể được bổ sung vào hợp phần nhựa copolyamit để tiếp tục thúc đẩy quá trình kết tinh. Bột talc có kích thước hạt tốt hơn là 100 μ m hoặc nhỏ hơn và tốt hơn nữa là 80 μ m hoặc nhỏ hơn và được trộn tốt hơn với nhựa copolyamit với lượng là 30 phần trọng lượng hoặc ít hơn trên 100 phần trọng

lượng. Nếu nhựa copolyamit với lượng vượt quá 30 phần trọng lượng trên 100 phần trọng lượng, tính chảy trong khi đúc hợp phần là kém và tính chất cơ học của sản phẩm đúc thu được là kém.

Hợp phần nhựa copolyamit theo sáng chế có thể được trộn với nhựa khác như nylon 6, nylon 66, nylon 6,66, polyeste, và nhựa olefin miễn là mục đích của sáng chế không bị ảnh hưởng xấu. Ngoài ra, hợp phần nhựa copolyamit theo sáng chế có thể được trộn với chất phụ gia, ví dụ như chất độn vô cơ dạng tấm được điều chế bằng cách xử lý kaolinit, mica, hoặc monmorilonit với hợp chất hữu cơ; chất cải biến độ bền chống va đập như chất đàn hồi; chất tạo nhân; chất làm trơn như amit của axit carboxylic béo và muối kim loại của axit carboxylic béo; chất chống oxy hóa, như hợp chất đồng, hữu cơ, hoặc hợp chất halogen vô cơ, hợp chất phenol không tự do, hợp chất amin không tự do, hợp chất hydrazin, hợp chất chứa lưu huỳnh, và hợp chất chứa phospho; chất làm ổn định nhiệt; tác nhân chống mất màu; chất hấp thụ tia cực tím như hợp chất benzotriazol; chất nhả khuôn; chất hóa dẻo; thuốc nhuộm màu; chất làm chậm ngọn lửa; chất chống muối oxy như hợp chất chứa coban; và chất chống tạo gel cho nhựa copolyamit như hợp chất kiềm.

Nhựa copolyamit hoặc hợp phần nhựa copolyamit theo sáng chế có thể được tạo ra trong sản phẩm đúc bằng cách đúc áp lực, đúc thổi, đúc ép đùn, đúc nén, phương pháp kéo căng, hoặc tạo hình chân không. Sản phẩm đúc có thể là ở dạng sản phẩm được tạo hình để sử dụng làm chất dẻo kỹ thuật và cũng ở dạng màng mỏng, tấm, đồ chứa rỗng, sợi, và ống. Sản phẩm đúc theo sáng chế thích hợp để dùng làm vật liệu công nghiệp và đồ dùng gia đình.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả chi tiết hơn dựa vào các ví dụ và các ví dụ so sánh. Mỗi phương pháp phân tích được mô tả dưới đây.

(1) Độ nhót tương đối

Trong 100ml axit sulfuric 96%, 1g polyamit đã cân chính xác được hòa tan có khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 30°C. Ngay sau khi hòa tan hoàn toàn, 5cc dung dịch được lấy ra trong nhớt kế Cannon-Fenske. Sau khi để trong thời gian 10 phút trong bể ổn nhiệt 25°C, tốc độ rơi (t) của dung dịch được đo. Sau đó, tốc độ rơi (t_0) của axit sulfuric 96% được đo theo cách giống như vậy. Độ nhớt tương đối được tính từ các giá trị đo được t và t_0 theo công thức (A):

$$\text{Độ nhớt tương đối} = t/t_0 \quad (A).$$

(2) Nồng độ nhóm amino kết thúc

Trong 30cc dung dịch hỗn hợp của phenol/etanol = 4/1 theo thể tích, lượng từ 0,3 đến 0,5g của nhựa polyamit đã cân chính xác được hòa tan có khuấy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 30°C. Sau khi hòa tan hoàn toàn, nồng độ nhóm amino kết thúc được xác định bằng cách chuẩn độ trung hòa sử dụng axit clohydric N/100 có khuấy.

(3) Nồng độ nhóm carboxy kết thúc

Trong 30cc rượu benzylic, lượng 0,3 đến 0,5g của nhựa copolyamit đã cân chính xác được hòa tan trong dòng khí nitơ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 160 đến 180°C có khuấy. Sau khi hòa tan hoàn toàn, dung dịch được để nguội đến nhiệt độ 80°C hoặc thấp hơn trong dòng khí nitơ. Sau khi bổ sung 10cc metanol có khuấy, nồng độ nhóm carboxy kết thúc được xác định bằng cách chuẩn độ trung hòa có sử dụng dung dịch natri hydroxit N/100.

(4) Trọng lượng phân tử trung bình số

Được tính từ công thức sau đây:

$$\text{Trọng lượng phân tử trung bình số} = 2/([NH_2] + [COOH])$$

trong đó $[NH_2]$ là nồng độ nhóm amino kết thúc ($\mu\text{eq/g}$) và $[COOH]$ là nồng độ

nhóm carboxy kết thúc ($\mu\text{eq/g}$).

(5) Sự hóa vàng (YI)

Theo JIS K7103, các giá trị ba màu cơ bản để tạo hình ảnh X, Y, và Z của hệ màu XYZ do sự phản chiếu trên mẫu được tạo hạt được xác định bằng cách sử dụng máy đo sự chênh lệch màu (ZE-2000 do Nippon Denshoku Industries Co., Ltd. sản xuất).

(6) Điểm nóng chảy

Điểm nóng chảy được đo bằng máy đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC-60 do Shimadzu Corporation sản xuất) ở tốc độ gia tăng nhiệt độ là $10^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ trong dòng khí nitơ.

(7) Điều chế muối nylon làm nguyên liệu thô của nhựa copolyamit và đo điểm nóng chảy của nó

Hỗn hợp của diamin và axit dicarboxylic (1:1 mol) được bổ sung vào nước trong một bình với lượng không làm bão hòa dung dịch thu được và hòa tan hoàn toàn trong điều kiện có khuấy trong khi nâng nhiệt độ lên đến 80°C , nhờ đó điều chế dung dịch muối nylon. Dung dịch thu được được rót vào thiết bị bay hơi và nước được làm bay hơi trong bể nước nóng dưới áp suất giảm. Muối nylon thu được được sấy khô trong chân không ở nhiệt độ 90°C qua đêm và sau đó đo điểm nóng chảy bằng DSC. Nếu hai hoặc nhiều đỉnh nóng chảy xuất hiện, nhiệt độ của đỉnh ở phía điểm nóng chảy lớn hơn được sử dụng làm điểm nóng chảy của muối nylon.

(8) Đo các hạt trong nhựa copolyamit

Nhựa copolyamit được tạo thành màng mỏng bằng cách sử dụng máy ép đùn hai trục vít cùng quay (mẫu BTN-25-S2-24-L do Plabor Co., Ltd. sản xuất, đường kính trục vít: $25\text{mm}\phi$, độ rộng khuôn hình chữ T: 150mm) dưới các điều kiện sau đây. Số lượng và cỡ hạt trong màng thu được được xác định trực tuyến

bằng cách sử dụng camera cảm biến dòng CCD và phần mềm xử lý ảnh.

Nhiệt độ của trống và khuôn hình chữ T: lớn hơn 10°C so với điểm nóng chảy của nhựa copolyamit;

Tốc độ quay của trục vít: 40 vòng/phút;

Tốc độ quay của vít nạp: 24 vòng/phút;

Nhiệt độ của trục nguội: 80°C ;

Tốc độ của trục nguội: 3,2m/phút;

Tốc độ của trục cuộn: 3,3m/phút;

Độ dày màng: $50\mu\text{m}$;

Camera cảm biến dòng CCD: MLY5000F do Mamiya-OP Co., Ltd. sản xuất (số pixel: 5000, tần số đo: 40 MHz, tỷ lệ quét: $131\mu\text{s}$ /lần quét, độ rộng trường: 125mm, độ phân giải theo chiều rộng: $25\mu\text{m}$, phân giải theo hướng quét: $7\mu\text{m}$, dụng cụ chỉ độ sáng tự động sử dụng thiết bị phát sáng halogen); và

Phần mềm xử lý ảnh: hệ thống phát hiện khuyết tật GX70W do Misuzuerie Co.,Ltd. sản xuất. Các khuyết tật màu tối được phát hiện. Quan sát bằng mắt thường trước tiên khẳng định rằng các kết quả là phù hợp với các kết quả của sự quan sát bằng mắt thường.

(9) Các tính chất cơ học của sản phẩm đúc

Mẫu được nóng chảy ở nhiệt độ lớn hơn 20°C so với điểm nóng chảy của nó và được đúc áp lực sử dụng máy đúc áp lực (Fanuc 100 α) dưới các điều kiện áp lực phun là 600kgf/cm^2 , thời gian phun là 1,0 giây, và nhiệt độ khuôn đúc là 80°C . Sản phẩm đúc áp lực thu được được ủ trong lò sấy khí nóng ở nhiệt độ 160°C trong thời gian 1 giờ và sau đó các thử nghiệm sau đây được tiến hành ở điều kiện khô tuyệt đối. Mỗi thử nghiệm d/ tiến hành trên 10 mẫu, và các giá

trị trung bình và độ lệch chuẩn được tính.

	Kích cỡ mẫu	Thiết bị và điều kiện	Phương pháp thử nghiệm
Thử nghiệm uốn	6mm × 12mm × 120mm	TENSILON UTM-5T (Orientec)	ASTM D790
Nhiệt độ biến dạng do nhiệt	6mm × 12mm × 120mm	HDT và VSPT TESTER (Toyo Seiki Seisaku-Sho)	ASTM D648 Tải trọng: 4,6kgf/cm ² và 18,5kgf/cm ²

Ví dụ 1

Bình phản ứng không gỉ dung tích 50L có áo dầu được sử dụng để tổng hợp nhựa copolyamit, bình phản ứng này có một bộ ngưng tụ riêng mà qua đó dầu có nhiệt độ được điều chỉnh được cho đi qua, bộ ngưng tụ tổng, thiết bị khuấy, cửa nạp khí nitơ, và lỗ hở để nhỏ giọt diamin. Để điều chỉnh nhiệt độ của pha hơi trong bình phản ứng, thành bao quanh pha hơi được duy trì ở nhiệt độ 230°C trong suốt quá trình tổng hợp nhựa copolyamit bằng bộ gia nhiệt điện để điều chỉnh nhiệt độ mà được đặt ở thành ngoài của bình phản ứng không có lớp áo dầu và áo dầu được đặt trên ống nối với bộ ngưng tụ riêng. Bình phản ứng được nạp 15.000kg axit adipic (độ tinh khiết: 99,85% trọng lượng) đã cân chính xác và khí quyển bên trong của bình phản ứng được thay hoàn toàn bằng nitơ. Nhiệt độ được nâng lên bằng cách cho qua môi trường gia nhiệt ở nhiệt độ 300°C qua áo để làm nóng chảy axit adipic thành trạng thái lỏng trong điều kiện có khuấy. Trong khi làm nóng chảy, sự cấp khí nitơ vào bình phản ứng được bắt đầu để gia tăng áp suất bên trong đến 0,4MPaG. Khi nhiệt độ đạt 190°C, 13.909kg xylylendiamin hỗn hợp (độ tinh khiết: 99,95% trọng lượng) của 70% mol m-xylylendiamin và 30% mol p-xylylendiamin được bổ sung nhỏ giọt trong thời gian 2 giờ trong khi khuấy axit adipic nóng chảy. Trong khi bổ sung, nhiệt độ được nâng lên liên tục bằng cách điều khiển việc gia nhiệt để cho phép nhiệt độ bên trong đạt 265°C tại thời điểm bổ sung nhỏ giọt xylylendiamin hỗn hợp được hoàn thành, và áp suất bên trong được giữ ở 0,4MPaG. Nước cần bay hơi được loại bỏ khỏi hệ phản ứng qua bộ ngưng tụ riêng có nhiệt độ bên trong của nó được giữ ở 150°C và thiết bị làm mát. Nhiệt độ của pha hơi trong bình phản

ứng được nâng lên từ từ trong khi bổ sung và đạt được nhiệt độ lớn hơn điểm nóng chảy (227°C) của muối nylon gồm xylylendiamin hỗn hợp và axit adipic khi 70% tổng lượng diamin được bổ sung nhỏ giọt. Sau khi hoàn tất việc bổ sung nhỏ giọt xylylendiamin hỗn hợp, áp suất bên trong được giữ ở $0,4\text{MPaG}$ trong thời gian 15 phút bằng cách gia tăng nhiệt độ ở tốc độ gia tăng nhiệt độ là $0,2^{\circ}\text{C/phút}$ trong khi liên tục khuấy. Áp suất bên trong được giảm đến 80kPaA ở tốc độ $0,6\text{MPa/giờ}$ và được giữ ở 80kPaA trong thời gian 5 phút. Sau đó, sự gia nhiệt dừng lại và sản phẩm được xả khỏi vòi ở phần bên dưới của bình phản ứng ở dạng dải dưới áp suất nitơ, hỗn hợp sau đó được làm nguội bằng nước và tạo viên để thu được nhựa copolyamit vô định hình. Nhựa copolyamit thu được có độ nhớt tương đối là 2,12, trọng lượng phân tử trung bình số là 15800, lượng mol còn lại (diamin/axit dicarboxylic) là 0,994, YI là -5, và điểm nóng chảy là 258°C . Phản ứng phân đoạn được lặp lại liên tục tổng cộng 10 lần. Độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 2,06 đến 2,14, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 14800 đến 16000, lượng mol còn lại nằm trong khoảng từ 0,993 đến 0,995, và YI nằm trong khoảng từ -6 đến -3, thể hiện độ ổn định tốt. Sau khi 10 phản ứng phân đoạn liên tục, không phát hiện thấy chất rắn trong bình phản ứng và trong bộ ngưng tụ riêng. Nhựa copolyamit thu được được tạo thành màng, màng này sau đó được đo cho các hạt. Số lượng các hạt phát hiện được là 104 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng $50\mu\text{m}$ hoặc cao hơn, 53 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến $99\mu\text{m}$, 42 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 100 đến $199\mu\text{m}$, và 9 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng $200\mu\text{m}$ hoặc cao hơn, có hình dáng bên ngoài đẹp với một lượng cực nhỏ các hạt. Các hạt được lấy ra bằng cách cắt màng được đo điểm nóng chảy. Ngoài điểm nóng chảy 258°C của nhựa copolyamit, điểm nóng chảy khác được quan sát ở nhiệt độ 282°C . Nhựa copolyamit thu được được đúc thành sản phẩm đúc, sản phẩm này sau đó được đánh giá về các tính chất. Môđun uốn là 4280MPa với độ lệch chuẩn là 18, độ bền uốn là 174MPa với độ lệch chuẩn là 1, và nhiệt độ biến dạng nhiệt là 174°C với độ lệch chuẩn là 1, cho thấy rằng sản phẩm đúc có các tính chất cơ học và tính chịu nhiệt tuyệt vời và tính ổn định chất lượng tốt.

Ví dụ 2

Nhựa copolyamit được tổng hợp sử dụng bình phản ứng với điều kiện giống như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc giữ áp suất bên trong ở 0,2MPaG và loại bỏ nước bay hơi khỏi hệ phản ứng qua bộ ngưng tụ riêng có nhiệt độ bên trong của nó được giữ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120 đến 124°C và thiết bị làm mát. Nhựa copolyamit thu được có độ nhớt tương đối là 2,09, trọng lượng phân tử trung bình số là 15300, lượng mol còn lại (diamin/axit dicarboxylic) là 0,994, YI là -4, và điểm nóng chảy là 258°C. Phản ứng phân đoạn được lặp lại liên tục tổng cộng 10 lần. Độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 2,05 đến 2,12, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 14700 đến 15800, lượng mol còn lại nằm trong khoảng từ 0,993 đến 0,995, và YI nằm trong khoảng từ -6 đến -3, thể hiện độ ổn định tốt. Sau 10 phản ứng phân đoạn liên tục, không phát hiện thấy chất rắn nào trong bình phản ứng và trong bộ ngưng tụ riêng. Nhựa copolyamit thu được được tạo thành màng, màng này sau đó được đo các hạt. Số lượng hạt phát hiện được là 147 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 50µm hoặc cao hơn, 75 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến 99µm, 57 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 100 đến 199µm, và 15 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 200µm hoặc cao hơn, tạo ra vẻ bên ngoài của màng là đẹp với lượng cực nhỏ các hạt. Các hạt được lấy ra bằng cách cắt khỏi màng được đo điểm nóng chảy. Ngoài điểm nóng chảy 258°C của nhựa copolyamit, thì quan sát được điểm nóng chảy khác ở 280°C. Nhựa copolyamit thu được được đúc thành sản phẩm đúc, sản phẩm này sau đó được đánh giá về các tính chất. Môđun uốn là 4265MPa với độ lệch chuẩn là 15, độ bền uốn là 174MPa với độ lệch chuẩn là 1, và nhiệt độ biến dạng nhiệt là 175°C với độ lệch chuẩn là 1, thể hiện rằng sản phẩm đúc có các tính chất cơ học và tính chịu nhiệt tuyệt vời và độ ổn định chất lượng tốt.

Ví dụ 3

Nhựa copolyamit được tổng hợp sử dụng cùng bình phản ứng dưới cùng điều kiện như trong ví dụ 1, chỉ khác là xylylendiamin hỗn hợp (độ tinh khiết: 99,95% trọng lượng) gồm 60% mol m-xylylendiamin và 40% mol

p-xylylendiamin được sử dụng; nhiệt độ của chất lỏng phản ứng được nâng lên liên tục trong khi bổ sung diamin để cho phép nhiệt độ bên trong đạt 275°C tại thời điểm bổ sung nhỏ giọt xylylendiamin hỗn hợp được hoàn tất; và thành bao quanh pha hơi được giữ ở 240°C để cho phép nhiệt độ của pha hơi trong bình phản ứng đạt nhiệt độ lớn hơn điểm nóng chảy (230°C) của muối nylon gồm xylylendiamin hỗn hợp và axit adipic khi 70% tổng lượng diamin được bổ sung nhỏ giọt. Nhựa copolyamit thu được có độ nhớt tương đối là 2,10, trọng lượng phân tử trung bình số là 15500, lượng mol còn lại (diamin/axit dicarboxylic) là 0,994, YI là -3, và điểm nóng chảy là 269°C . Phản ứng phân đoạn được lặp lại liên tục tổng cộng 10 lần. Độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 2,07 đến 2,13, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 14900 đến 15900, lượng mol còn lại nằm trong khoảng từ 0,993 đến 0,995, và YI nằm trong khoảng từ -5 đến -1, thể hiện độ ổn định tốt. Sau khi 10 phản ứng phân đoạn liên tục, không phát hiện thấy chất rắn nào trong bình phản ứng và trong bộ ngưng tụ riêng. Nhựa copolyamit thu được được tạo thành màng, màng này sau đó được đo các hạt. Số lượng hạt phát hiện được là 261 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng $50\mu\text{m}$ hoặc cao hơn, 133 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến $99\mu\text{m}$, 102 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 100 đến $199\mu\text{m}$, và 26 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng $200\mu\text{m}$ hoặc cao hơn, tạo ra hình dáng màng đẹp với lượng cực nhỏ các hạt. Các hạt được lấy ra bằng cách cắt khỏi màng được đo điểm nóng chảy. Ngoài điểm nóng chảy 269°C của nhựa copolyamit, điểm nóng chảy khác được quan sát thấy ở nhiệt độ 293°C . Nhựa copolyamit thu được được đúc thành sản phẩm đúc, sản phẩm này sau đó được đánh giá về các tính chất. Môđun uốn là 4270MPa với độ lệch chuẩn là 23, độ bền uốn là 172MPa với độ lệch chuẩn là 1, và nhiệt độ biến dạng nhiệt là 179°C với độ lệch chuẩn là 2, thể hiện rằng sản phẩm đúc có các tính chất cơ học và tính chịu nhiệt tuyệt vời và độ ổn định chất lượng tốt.

Ví dụ 4

Nhựa copolyamit được tổng hợp sử dụng bình phản ứng với các điều kiện giống như trong ví dụ 1, chỉ khác là xylylendiamin hỗn hợp (độ tinh khiết:

99,95% trọng lượng) của 50% mol m-xylylendiamin và 50% mol p-xylylendiamin được sử dụng; nhiệt độ của chất lỏng phản ứng được nâng lên liên tục trong khi bổ sung diamin để cho phép nhiệt độ bên trong đạt 285°C tạo thời điểm bổ sung nhỏ giọt xylylendiamin hỗn hợp được hoàn thành; và thành bao quanh pha hơi được giữ ở nhiệt độ 250°C để cho phép nhiệt độ của pha hơi trong bình phản ứng đạt nhiệt độ lớn hơn điểm nóng chảy (238°C) của muối nylon gồm xylylendiamin hỗn hợp và axit adipic khi 75% tổng lượng diamin được bổ sung nhỏ giọt. Nhựa copolyamit thu được có độ nhớt tương đối là 2,11, trọng lượng phân tử trung bình số là 15700, lượng mol còn lại (diamin/axit dicarboxylic) của 0,993, YI là -1, và điểm nóng chảy là 278°C. Phản ứng phân đoạn được lặp lại liên tục tổng cộng 10 lần. Độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 2,06 đến 2,16, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 14800 đến 16300, lượng mol còn lại nằm trong khoảng từ 0,992 đến 0,994, và YI nằm trong khoảng từ -3 đến 1, thể hiện độ ổn định tốt. Sau khi 10 phản ứng phân đoạn liên tục, không phát hiện thấy chất rắn nào trong bình phản ứng và trong bộ ngưng tụ riêng. Nhựa copolyamit thu được được tạo thành màng, màng này sau đó được đo các hạt. Số lượng hạt phát hiện được là 632 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 50µm hoặc cao hơn, 319 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến 9µm, 278 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 100 đến 199µm, và 35 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 200µm hoặc cao hơn, tạo ra hình dáng màng đẹp với lượng cực nhỏ các hạt. Các hạt được lấy ra bằng cách cắt khỏi màng được đo điểm nóng chảy. Ngoài điểm nóng chảy 278°C của nhựa copolyamit, điểm nóng chảy khác được quan sát ở nhiệt độ 302°C. Nhựa copolyamit thu được được đúc thành sản phẩm đúc, sản phẩm này sau đó được đánh giá về các tính chất. Môđun uốn là 4263MPa với độ lệch chuẩn là 28, độ bền uốn là 171MPa với độ lệch chuẩn là 2, và nhiệt độ biến dạng nhiệt là 189°C với độ lệch chuẩn là 2, thể hiện rằng sản phẩm đúc có các tính chất cơ học và tính chịu nhiệt tuyệt vời và độ ổn định chất lượng tốt.

Ví dụ 5

Nhựa copolyamit được tổng hợp sử dụng cùng bình phản ứng dưới cùng

điều kiện như trong ví dụ 1 chỉ khác là 15,135kg axit sebaxic (độ tinh khiết: 99,70% trọng lượng, nồng độ nguyên tử lưu huỳnh: 30 ppm, nồng độ nguyên tử natri: 54 ppm) được nạp dưới dạng thành phần axit dicarboxylic; 10,100kg xylylendiamin hỗn hợp (độ tinh khiết: 99,95% trọng lượng) của 70% mol m-xylylendiamin và 30% mol p-xylylendiamin được bổ sung nhỏ giọt làm thành phần diamin; nhiệt độ của chất lỏng phản ứng được nâng lên liên tục trong khi bổ sung diamin để cho phép nhiệt độ bên trong đạt 250°C tại thời điểm bổ sung nhỏ giọt diamin được hoàn thành; và thành bao quanh pha hơi được giữ ở 230°C để cho phép nhiệt độ của pha hơi trong bình phản ứng đạt nhiệt độ lớn hơn điểm nóng chảy (191°C) của muối nylon gồm xylylendiamin hỗn hợp và axit sebaxic khi 35% của tổng lượng diamin được bổ sung nhỏ giọt. Nhựa copolyamit thu được có độ nhớt tương đối là 2,05, trọng lượng phân tử trung bình số là 14.900, lượng mol còn lại (diamin/axit dicarboxylic) là 0,994, YI là -5, và điểm nóng chảy là 214°C. Phản ứng phân đoạn được lặp lại liên tục tổng cộng 10 lần. Độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 2,00 đến 2,13, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 14200 đến 15900, lượng mol còn lại nằm trong khoảng từ 0,993 đến 0,995, và YI nằm trong khoảng từ -7 đến -3, thể hiện độ ổn định tốt. Sau khi 10 phản ứng phân đoạn liên tục, không phát hiện thấy chất rắn nào trong bình phản ứng và trong bộ ngưng tụ riêng. Nhựa copolyamit thu được được tạo thành màng, màng này sau đó được đo các hạt. Số lượng hạt phát hiện được là 198 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 50µm hoặc cao hơn, 102 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến 99µm, 75 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 100 đến 199µm, và 21 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 200µm hoặc cao hơn, tạo ra hình dáng màng đẹp với lượng cực nhỏ các hạt. Các hạt được lấy ra bằng cách cắt khỏi màng được đo điểm nóng chảy. Ngoài điểm nóng chảy 214°C của nhựa copolyamit, điểm nóng chảy khác được quan sát thấy ở nhiệt độ 250°C. Nhựa copolyamit thu được được đúc thành sản phẩm đúc, sản phẩm này sau đó được đánh giá về các tính chất. Môđun uốn là 2920MPa với độ lệch chuẩn là 14, độ bền uốn là 135MPa với độ lệch chuẩn là 1, và nhiệt độ biến dạng do nhiệt là 145°C với độ lệch chuẩn là 2, thể hiện rằng độ ổn định chất lượng cũng rất tốt.

Ví dụ 6

Nhựa copolyamit được tổng hợp sử dụng bình phản ứng với các điều kiện giống như trong ví dụ 5, chỉ khác là xylylendiamin hỗn hợp (độ tinh khiết: 99,95% trọng lượng) của 60% mol m-xylylendiamin và 40% mol p-xylylendiamin được sử dụng; và thành bao quanh pha hơi được giữ ở 230°C để cho phép nhiệt độ của pha hơi trong bình phản ứng đạt nhiệt độ lớn hơn điểm nóng chảy (197°C) của muối nylon gồm xylylendiamin hỗn hợp và axit sebacic khi 40% tổng lượng diamin được bổ sung nhỏ giọt. Nhựa copolyamit thu được có độ nhớt tương đối là 2,07, trọng lượng phân tử trung bình số là 15100, lượng mol còn lại (diamin/axit dicarboxylic) là 0,994, YI là -5, và điểm nóng chảy là 223°C. Phản ứng phân đoạn được lặp lại liên tục tổng cộng 10 lần. Độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 2,04 đến 2,10, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 14700 đến 15500, lượng mol còn lại nằm trong khoảng từ 0,993 đến 0,995, và YI nằm trong khoảng từ -7 đến -3, thể hiện độ ổn định tốt. Sau khi 10 phản ứng phân đoạn liên tục, không phát hiện thấy chất rắn nào trong bình phản ứng và trong bộ ngưng tụ riêng. Nhựa copolyamit thu được được tạo thành màng, màng này sau đó được đo các hạt. Số lượng hạt phát hiện được là 217 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 50µm hoặc cao hơn, 114 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến 99µm, 79 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 100 đến 199µm, và 24 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 200µm hoặc cao hơn, tạo ra hình dáng màng đẹp với lượng cực nhỏ các hạt. Các hạt được lấy ra bằng cách cắt khỏi màng được đo điểm nóng chảy. Ngoài điểm nóng chảy 223°C của nhựa copolyamit, điểm nóng chảy khác được quan sát thấy ở nhiệt độ 260°C. Nhựa copolyamit thu được được đúc thành sản phẩm đúc, sản phẩm này sau đó được đánh giá về các tính chất. Môđun uốn là 2900MPa với độ lệch chuẩn là 12, độ bền uốn là 134MPa với độ lệch chuẩn là 1, và nhiệt độ biến dạng do nhiệt là 152°C với độ lệch chuẩn là 2, thể hiện rằng độ ổn định chất lượng cũng rất tốt.

Ví dụ 7

Nhựa copolyamit được tổng hợp sử dụng bình phản ứng với các điều

kiện giống như trong ví dụ 5, chỉ khác là xylylendiamin hỗn hợp (độ tinh khiết: 99,95% trọng lượng) của 40% mol m-xylylendiamin và 60% mol p-xylylendiamin được sử dụng; và thành bao quanh pha hơi được giữ ở 230°C để cho phép nhiệt độ của pha hơi trong bình phản ứng đạt nhiệt độ lớn hơn điểm nóng chảy (202°C) của muối nylon gồm xylylendiamin hỗn hợp và axit sebacic khi 50% tổng lượng diamin được bổ sung nhỏ giọt. Nhựa copolyamit thu được có độ nhớt tương đối là 2,11, trọng lượng phân tử trung bình số là 15600, lượng mol còn lại (diamin/axit dicarboxylic) là 0,994, YI là -4, và điểm nóng chảy là 242°C. Phản ứng phân đoạn được lặp lại liên tục tổng cộng 10 lần. Độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 2,05 đến 2,16, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 14600 đến 16100, lượng mol còn lại nằm trong khoảng từ 0,993 đến 0,995, và YI nằm trong khoảng từ -6 đến -2, thể hiện độ ổn định tốt. Sau khi 10 phản ứng phân đoạn liên tục, không phát hiện thấy chất rắn nào trong bình phản ứng và trong bộ ngưng tụ riêng. Nhựa copolyamit thu được được tạo thành màng, màng này sau đó được đo các hạt. Số lượng hạt phát hiện được là 225 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 50µm hoặc cao hơn, 120 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến 99µm, 83 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 100 đến 199µm, và 22 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 200µm hoặc cao hơn, tạo ra hình dáng màng đẹp với lượng cực nhỏ các hạt. Các hạt được lấy ra bằng cách cắt khỏi màng được đo điểm nóng chảy. Ngoài điểm nóng chảy 242°C của nhựa copolyamit, điểm nóng chảy khác được quan sát thấy ở nhiệt độ 281°C. Nhựa copolyamit thu được được đúc thành sản phẩm đúc, sản phẩm này sau đó được đánh giá các tính chất. Môđun uốn là 2930MPa với độ lệch chuẩn là 15, độ bền uốn là 136MPa với độ lệch chuẩn là 1, và nhiệt độ biến dạng do nhiệt là 170°C với độ lệch chuẩn là 1, thể hiện rằng độ ổn định chất lượng cũng rất tốt.

Ví dụ 8

Nhựa copolyamit được tổng hợp sử dụng bình phản ứng với các điều kiện giống như trong ví dụ 5, chỉ khác là xylylendiamin hỗn hợp (độ tinh khiết: 99,95% trọng lượng) của 20% mol m-xylylendiamin và 80% mol

p-xylylendiamin được sử dụng; và thành bao quanh pha hơi được giữ ở 230°C để cho phép nhiệt độ của pha hơi trong bình phản ứng đạt nhiệt độ lớn hơn điểm nóng chảy (207°C) của muối nylon gồm xylylendiamin hỗn hợp và axit sebacic khi 55% tổng lượng diamin được bổ sung nhỏ giọt. Nhựa copolyamit thu được có độ nhớt tương đối là 2,10, trọng lượng phân tử trung bình số là 15500, lượng mol còn lại (diamin/axit dicarboxylic) là 0,994, YI là -4, và điểm nóng chảy là 263°C. Phản ứng phân đoạn được lặp lại liên tục tổng cộng 10 lần. Độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 2,04 đến 2,14, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 14400 đến 16000, lượng mol còn lại nằm trong khoảng từ 0,993 đến 0,995, và YI nằm trong khoảng từ -6 đến -2, thể hiện độ ổn định tốt. Sau khi 10 phản ứng phân đoạn liên tục, không phát hiện thấy chất rắn nào trong bình phản ứng và trong bộ ngưng tụ riêng. Nhựa copolyamit thu được được tạo thành màng, màng này sau đó được đo các hạt. Số lượng hạt phát hiện được là 283 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 50µm hoặc cao hơn, 145 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến 99µm, 112 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 100 đến 199µm, và 26 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 200µm hoặc cao hơn, tạo ra hình dáng màng đẹp với lượng cực nhỏ các hạt. Các hạt được lấy ra bằng cách cắt khỏi màng được đo điểm nóng chảy. Ngoài điểm nóng chảy 263°C của nhựa copolyamit, điểm nóng chảy khác được quan sát thấy ở nhiệt độ 292°C. Nhựa copolyamit thu được được đúc thành sản phẩm đúc, sản phẩm này sau đó được đánh giá các tính chất. Môđun uốn là 2950MPa với độ lệch chuẩn là 12, độ bền uốn là 135MPa với độ lệch chuẩn là 1, và nhiệt độ biến dạng do nhiệt là 191°C với độ lệch chuẩn là 2, thể hiện rằng độ ổn định chất lượng cũng rất tốt.

Ví dụ so sánh 1

Nhựa copolyamit được tổng hợp sử dụng bình phản ứng với các điều kiện giống như trong ví dụ 3, chỉ khác là thay đổi áp suất bên trong của bình phản ứng thành áp suất khí quyển và loại bỏ nước bay hơi khỏi hệ phản ứng qua bộ ngưng tụ riêng có nhiệt độ bên trong của nó được giữ ở 100 đến 104°C và thiết bị làm mát. Do độ nhớt không gia tăng đầy đủ để thu được mômen xoắn

khi khuấy ứng với trọng lượng phân tử mong muốn, phản ứng được tiếp tục trong thời gian 30 phút dưới áp suất giảm để thu được nhựa copolyamit. Nhựa copolyamit thu được có độ nhớt tương đối là 2,01, trọng lượng phân tử trung bình số là 14300, lượng mol còn lại (diamin/axit dicarboxylic) của 0,988, YI là -1, và điểm nóng chảy là 269°C, thể hiện rằng độ nhớt tương đối, trọng lượng phân tử trung bình số, và lượng mol còn lại là thấp. Sau phản ứng, một lượng lớn muối nylon hoặc polyamit oligome bám dính vào thành bao quanh pha hơi trong bình phản ứng, và mặt trong của bình ngưng tụ riêng phần bị bít riêng phần bằng chất rắn màu trắng. Sau khi rửa phần bị tắc, phản ứng phân đoạn được lặp lại liên tục tổng cộng 10 lần. Độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 1,96 đến 2,18, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 13700 đến 16500, lượng mol còn lại nằm trong khoảng từ 0,986 đến 0,995, và YI nằm trong khoảng từ -4 đến -5, thể hiện dung sai lớn. Nhựa copolyamit thu được được tạo thành màng, màng này sau đó được đo các hạt. Số lượng hạt phát hiện được là 3230 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 50µm hoặc cao hơn, 1592 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến 99µm, 1386 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 100 đến 199µm, và 252 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 200µm hoặc cao hơn, tạo ra hình dáng bên ngoài của màng là xấu với bề mặt cực nhám do có một lượng lớn các hạt. Các hạt được lấy ra bằng cách cắt khỏi màng được đo điểm nóng chảy. Ngoài điểm nóng chảy 269°C của nhựa copolyamit, điểm nóng chảy khác được quan sát thấy ở nhiệt độ 300°C. Nhựa copolyamit thu được được đúc thành sản phẩm đúc, sản phẩm này sau đó được đánh giá các tính chất. Môđun uốn là 4246MPa với độ lệch chuẩn là 94, độ bền uốn là 172MPa với độ lệch chuẩn là 7, và nhiệt độ biến dạng do nhiệt là 183°C với độ lệch chuẩn là 9, thể hiện rằng các tính chất cơ học và tính chịu nhiệt bị thay đổi lớn và độ ổn định chất lượng là kém.

Ví dụ so sánh 2

Nhựa copolyamit được tổng hợp sử dụng bình phản ứng với các điều kiện giống như trong ví dụ 3, chỉ khác là bỏ qua việc gia nhiệt thành bao quanh pha hơi trong bình phản ứng. Nhiệt độ của pha hơi là 208°C khi 80% tổng lượng

diamin được bổ sung nhỏ giọt và 227°C khi việc bổ sung nhỏ giọt diamin được hoàn thành, như vậy là thấp hơn điểm nóng chảy (230°C) của muối nylon chứa xylylendiamin hỗn hợp và axit adipic. Sau đó, nhiệt độ đạt mức lớn hơn 230°C trong khi duy trì áp suất bên trong là 0,4MPa. Nhựa copolyamit thu được có độ nhớt tương đối là 2,09, trọng lượng phân tử trung bình số là 15300, lượng mol còn lại (diamin/axit dicarboxylic) là 0,994, YI là -6, và điểm nóng chảy là 269°C. Phản ứng phân đoạn được lặp lại liên tục tổng cộng 10 lần. Độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 2,07 đến 2,14, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 14900 đến 16000, lượng mol còn lại nằm trong khoảng từ 0,993 đến 0,995, và YI nằm trong khoảng từ -7 đến -3, thể hiện độ ổn định tốt. Sau khi 10 phản ứng phân đoạn liên tục, không phát hiện thấy chất rắn nào trong bình phản ứng và trong bình ngưng tụ riêng. Nhựa copolyamit thu được được tạo thành màng, màng này sau đó được đo các hạt. Số lượng hạt phát hiện được là 1148 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 50µm hoặc cao hơn, 572 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến 99µm, 493 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 100 đến 199µm, và 83 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 200µm hoặc cao hơn, tạo ra hình dạng màng xấu với bề mặt cực nhám do có một lượng lớn các hạt. Các hạt được lấy ra bằng cách cắt khỏi màng được đo điểm nóng chảy. Ngoài điểm nóng chảy 269°C của nhựa copolyamit, điểm nóng chảy khác được quan sát thấy ở nhiệt độ 290°C. Nhựa copolyamit thu được được đúc thành sản phẩm đúc, sản phẩm này sau đó được đánh giá các tính chất. Môđun uốn là 4268MPa với độ lệch chuẩn là 51, độ bền uốn là 173MPa với độ lệch chuẩn là 4, và nhiệt độ biến dạng do nhiệt là 184°C với độ lệch chuẩn là 4, thể hiện rằng các tính chất cơ học và tính chịu nhiệt bị thay đổi lớn và độ ổn định chất lượng là kém.

Ví dụ so sánh 3

Bình phản ứng không gỉ dung tích 50L phủ áo dầu có lắp một bình ngưng tụ riêng phần qua mà dầu với nhiệt độ của nó được điều chỉnh đi qua đó, bộ ngưng tổng, thiết bị khuấy, cửa nạp khí nitơ, và lỗ hở để nhỏ giọt diamin, được nạp 10,000kg axit adipic (độ tinh khiết: 99,85% trọng lượng), 9,270kg

xylylendiamin hỗn hợp (độ tinh khiết: 99,95% trọng lượng) gồm 60% mol m-xylylendiamin và 40% mol p-xylylendiamin, và 19kg nước cất, và khí quyển bên trong của bình phản ứng được thay thế hoàn toàn bằng nitơ. Bình phản ứng được đóng kín và nhiệt độ được nâng lên đến nhiệt độ 207°C trong thời gian 5,7 giờ trong khi khuấy các thành phần. Khi áp suất phản ứng đạt đến 1,9MPa, nước nạp và nước được tiết ra được loại bỏ khỏi bình phản ứng trong thời gian 1 giờ trong khi duy trì áp suất không đổi. Trong khi loại bỏ nước, nhiệt độ được nâng lên đến 212°C. Áp suất phản ứng được giảm đến áp suất khí quyển trong thời gian 4 giờ trong khi tiếp tục loại bỏ nước. Đồng thời, nhiệt độ phản ứng được nâng lên đến 277°C. Sau đó, áp suất bên trong của hệ phản ứng được giảm liên tục đến 600mmHg trong thời gian 10 phút và phản ứng được tiếp tục trong thời gian 5 phút. Sản phẩm được tạo viên theo cách giống như trong ví dụ 1 để thu được nhựa copolyamit.

Nhựa copolyamit thu được có độ nhớt tương đối là 2,08, trọng lượng phân tử trung bình số là 15100, lượng mol còn lại (diamin/axit dicarboxylic) là 0,994, YI là -3, và điểm nóng chảy là 269°C. Phản ứng phân đoạn được lặp lại liên tục tổng cộng 10 lần. Độ nhớt tương đối nằm trong khoảng từ 2,04 đến 2,16, trọng lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 14700 đến 16300, lượng mol còn lại nằm trong khoảng từ 0,993 đến 0,995, và YI nằm trong khoảng từ -6 đến -1, thể hiện độ ổn định tốt. Sau khi 10 phản ứng phân đoạn liên tục, không phát hiện thấy chất rắn nào trong bình phản ứng và trong bình ngưng tụ riêng phần. Nhựa copolyamit thu được được tạo thành màng, màng này sau đó được đo các hạt. Số lượng hạt phát hiện được là 1422 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 50µm hoặc cao hơn, 721 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 50 đến 99µm, 610 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 100 đến 199µm, và 91 hạt/g đối với các hạt có cỡ hạt bằng 200µm hoặc cao hơn, tạo ra hình dáng bên ngoài của màng xấu với bề mặt cực nhám do có một lượng lớn các hạt. Các hạt được lấy ra bằng cách cắt khỏi màng được đo điểm nóng chảy. Ngoài điểm nóng chảy 269°C của nhựa copolyamit, điểm nóng chảy khác được quan sát thấy ở nhiệt độ 295°C. Nhựa copolyamit thu được được đúc thành sản phẩm đúc, sản phẩm này sau đó được đánh giá về các tính chất. Môđun uốn là

4251MPa với độ lệch chuẩn là 65, độ bền uốn là 173MPa với độ lệch chuẩn là 4, và nhiệt độ biến dạng do nhiệt là 173°C với độ lệch chuẩn là 4, thể hiện rằng các tính chất cơ học và tính chịu nhiệt bị thay đổi lớn và độ ổn định chất lượng là kém.

Các điều kiện sản xuất và các kết quả đánh giá các tính chất của các ví dụ 1 đến 8 và các ví dụ so sánh 1 đến 3 được thể hiện trong bảng 1. Trong bảng 1, PXDA là p-xylylendiamin và MXDA là m-xylylendiamin.

Bảng 1			
	Các ví dụ		
	1	2	3
Thành phần diamin	PXDA 30% mol	PXDA 30% mol	PXDA 40% mol
	MXDA 70% mol	MXDA 70% mol	MXDA 60% mol
Thành phần axit dicarboxylic	Axit adipic	Axit adipic	Axit adipic
Điểm nóng chảy của muối nylon	227°C	227°C	230°C
Phương pháp sản xuất	Bổ sung dưới áp suất	Bổ sung dưới áp suất	Bổ sung dưới áp suất
Áp suất phản ứng	0,4MPaG	0,2MPaG	0,4MPaG
Nhiệt độ của pha hơi	227°C ở bổ sung 70%	227°C ở bổ sung 70%	230°C ở bổ sung 70%
Thiết bị sau 10 mẻ	Tốt	Tốt	Tốt
Độ nhớt tương đối	2,12	2,09	2,10
n=10	2,06 đến 2,14	2,05 đến 2,12	2,07 đến 2,13
Trọng lượng phân tử trung bình số	15800	15300	15500
n=10	14800 đến 16000	14700 đến 15800	14900 đến 15900
Lượng mol còn lại	0,994	0,994	0,994
n=10	0,993 đến 0,995	0,993 đến 0,995	0,993 đến 0,995
YI	-5	-4	-3
n=10	-6 đến -3	-6 đến -3	-5 đến -1
Điểm nóng chảy (°C)	258	258	269
Các hạt polyamit có điểm nóng chảy cao			
Điểm nóng chảy	282°C	280°C	293°C
< 50µm	104	147	261
50 đến 99µm	53	75	133
100 đến 199µm	42	57	102
< 200µm	9	15	26
Các tính chất của sản phẩm đúc			
Môđun uốn (MPa)	4280	4265	4270
Độ lệch chuẩn	18	15	23
Độ bền uốn (MPa)	174	174	172
Độ lệch chuẩn	1	1	1
Nhiệt độ biến dạng do nhiệt (°C)	174	175	179
Độ lệch chuẩn	1	1	2

Bảng 1 (tiếp tục)			
	Các ví dụ		
	4	5	6
Thành phần diamine	PXDA 50% mol	PXDA 30% mol	PXDA 40% mol
	MXDA 50% mol	MXDA 70% mol	MXDA 60% mol
Thành phần axit dicarboxylic	axit adipic	axit sebacic	axit sebacic
Điểm nóng chảy của muối nylon	238°C	191°C	197°C
Phương pháp sản xuất	bổ sung dưới áp suất	bổ sung dưới áp suất	bổ sung dưới áp suất
Áp suất phản ứng	0,4MPaG	0,4MPaG	0,4MPaG
Nhiệt độ của pha hơi	238°C ở mức bổ sung 75%	191°C ở mức bổ sung 45%	197°C ở mức bổ sung 40%
Thiết bị sau 10 mẻ	Tốt	Tốt	Tốt
Độ nhớt tương đối	2,11	2,05	2,07
n=10	2,06 đến 2,16	2,00 đến 2,13	2,04 đến 2,10
Trọng lượng phân tử trung bình số	15700	14900	15100
n=10	14800 đến 16300	14200 đến 15900	14700 đến 15500
Mol còn lại	0,993	0,994	0,994
n=10	0,992 đến 0,994	0,993 đến 0,995	0,993 đến 0,995
YI	-1	-5	-5
N=10	-3 đến 1	-7 đến -3	-7 đến -3
Điểm nóng chảy (°C)	278	214	223
Các hạt polyamit có điểm nóng chảy cao			
Điểm nóng chảy	302°C	250°C	260°C
< 50µm	632	198	217
50 đến 99µm	319	102	114
100 đến 199µm	278	75	79
< 200µm	35	21	24
Các tính chất của sản phẩm đúc			
Môđun uốn (MPa)	4263	2920	2900
Độ lệch chuẩn	28	14	12
Độ bền uốn (MPa)	171	135	134
Độ lệch chuẩn	2	1	1
Nhiệt độ biến dạng do nhiệt (°C)	189	145	152
Độ lệch chuẩn	2	2	2

Bảng 1 (tiếp tục)		
	Các ví dụ	
	7	8
Thành phần diamin	PXDA60% mol	PXDA80% mol
	MXDA40% mol	MXDA20% mol
Thành phần axit dicarboxylic	axit sebaxic	axit sebaxic
Điểm nóng chảy của muối nylon	202°C	207°C
Phương pháp sản xuất	bổ sung dưới áp suất	bổ sung dưới áp suất
Áp suất phản ứng	0,4MPaG	0,4MPaG
Nhiệt độ của pha hơi	202°C bổ sung ở 50%	207°C bổ sung ở 55%
Thiết bị sau 10 mẻ	Tốt	Tốt
Độ nhớt tương đối	2,11	2,10
n=10	2,05 đến 2,16	2,04 đến 2,14
Trọng lượng phân tử trung bình số	15600	15500
n=10	14600 đến 16100	14400 đến 16000
Mol còn lại	0,994	0,994
n=10	0,993 đến 0,995	0,993 đến 0,995
YI	-4	-4
N=10	-6 đến -2	-6 đến -2
Điểm nóng chảy (°C)	242	263
Các hạt polyamit có điểm nóng chảy cao		
Điểm nóng chảy	281°C	292°C
< 50µm	225	283
50 đến 99µm	120	145
100 đến 199µm	83	112
< 200 µm	22	26
Tính chất của các sản phẩm đúc		
Môđun uốn (MPa)	2930	2950
Độ lệch chuẩn	15	12
Độ bền uốn (MPa)	136	135
Độ lệch chuẩn	1	1
Nhiệt độ biến dạng do nhiệt (°C)	170	191
Độ lệch chuẩn	1	2

Bảng 1 (tiếp tục)			
	Các ví dụ so sánh		
	1	2	3
Thành phần diamin	PXDA40% mol	PXDA40% mol	PXDA40% mol
	MXDA60% mol	MXDA60% mol	MXDA60% mol
Thành phần axit dicarboxylic	axit adipic	axit adipic	axit adipic
Điểm nóng chảy của muối nylon	230°C	230°C	230°C
Phương pháp sản xuất	bổ sung dưới điều kiện áp suất khí quyển	bổ sung dưới áp suất	Muối nylon dưới áp suất
Áp suất phản ứng	0,0MPaG	0,4MPaG	1,9MPaG
Nhiệt độ của pha hơi	230°C ở việc bổ sung 70%	230°C sau khi bổ sung	–
Thiết bị sau 10 mẻ	Nghèo	Tốt	Tốt
Độ nhớt tương đối	2,01	2,09	2,08
n=10	1,96 đến 2,18	2,07 đến 2,14	2,04 đến 2,16
Trọng lượng phân tử trung bình số	14300	15300	15100
n=10	13700 đến 16500	14900 đến 16000	14700 đến 16300
Mol còn lại	0,988	0,994	0,994
n=10	0,986 đến 0,995	0,993 đến 0,995	0,993 đến 0,995
YI	–1	–6	–3
n=10	–4 đến 5	–7 đến –3	–6 đến –1
Điểm nóng chảy (°C)	269	269	269
Các hạt polyamit có điểm nóng chảy cao			
Điểm nóng chảy	300°C	290°C	295°C
< 50µm	3230	1148	1422
50 đến 99µm	1592	572	721
100 đến 199µm	1386	493	610
< 200µm	252	83	91
Các tính chất của sản phẩm đúc			
Môđun uốn (MPa)	4246	4268	4251
Độ lệch chuẩn	94	51	65
Độ bền uốn (MPa)	172	173	173
Độ lệch chuẩn	7	4	4
Nhiệt độ biến dạng do nhiệt (°C)	183	184	173
Độ lệch chuẩn	9	4	4

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Nhựa copolyamit theo sản xuất có các tính chất cơ học, tính chịu nhiệt, các tính chất hóa và lý, các đặc tính đúc tuyệt vời, và các tính chất của nó là rất ổn định, và do đó được sử dụng một cách thích hợp trong lĩnh vực rộng lớn, như các sản phẩm đúc, màng, tấm và sợi.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Nhựa copolyamit chứa thành phần diamin bao gồm hai hoặc nhiều diamin và thành phần axit dicarboxylic, trong đó:

thành phần diamin bao gồm xylylendiamin với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn mà chứa p-xylylendiamin với lượng là 20% mol hoặc lớn hơn và thành phần axit dicarboxylic chứa axit dicarboxylic béo mạch thẳng có 6 đến 18 nguyên tử cacbon với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn, và

nhựa copolyamit này chứa các hạt có đường kính lớn (major diameter) là 50 μ m hoặc lớn hơn với lượng là 1000 hạt/g hoặc nhỏ hơn, các hạt này bao gồm polyamit có điểm nóng chảy cao hơn điểm nóng chảy của nhựa copolyamit là 20°C hoặc lớn hơn khi được đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai.

2. Nhựa copolyamit theo điểm 1, trong đó độ nhớt tương đối của nhựa copolyamit nằm trong khoảng từ 1,80 đến 4,20 ở nhiệt độ 25°C khi được đo trong axit sulfuric đậm đặc ở nồng độ 1g/100mL.

3. Nhựa copolyamit theo điểm 1, trong đó thành phần axit dicarboxylic béo mạch thẳng chứa axit adipic hoặc axit sebaxic với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn.

4. Nhựa copolyamit theo điểm 1, trong đó xylylendiamin là hợp phần hai thành phần của m-xylylendiamin và p-xylylendiamin.

5. Nhựa copolyamit theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, nhựa copolyamit được làm nóng chảy ở nhiệt độ cao hơn 10°C so với điểm nóng chảy của nhựa copolyamit chứa các hạt có đường kính lớn là 50 μ m hoặc lớn hơn với lượng 1000 hạt/g hoặc nhỏ hơn, các hạt này chứa polyamit có điểm nóng chảy cao hơn điểm nóng chảy của nhựa copolyamit khoảng 20°C hoặc lớn hơn khi được đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai, để tạo ra màng đúc.

6. Nhựa copolyamit theo điểm 1, trong đó nhựa copolyamit được làm nóng chảy nhựa copolyamit ở nhiệt độ cao hơn 10°C so với điểm nóng chảy của nhựa

copolyamit chứa các hạt có đường kính lớn bằng 200 μ m hoặc lớn hơn với lượng 100 hạt/g hoặc nhỏ hơn, các hạt này chứa polyamit có điểm nóng chảy cao hơn điểm nóng chảy của nhựa copolyamit khoảng 20°C hoặc lớn hơn khi được đo bằng phép đo nhiệt lượng quét vi sai, để tạo ra màng đúc.

7. Hợp phần nhựa copolyamit chứa 100 phần trọng lượng của nhựa copolyamit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, từ 0 đến 30 phần trọng lượng của bột talc, và từ 10 đến 150 phần trọng lượng của chất độn vô cơ.

8. Sản phẩm đúc được tạo ra bằng cách đúc nhựa copolyamit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6.

9. Sản phẩm đúc được tạo ra bằng cách đúc hợp phần nhựa copolyamit theo điểm 7.

10. Phương pháp sản xuất nhựa copolyamit chứa thành phần diamin mà chứa hai hoặc nhiều diamin và một thành phần axit dicarboxylic, trong đó:

thành phần diamin bao gồm xylylen-diamin với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn mà chứa p-xylylendiamin với lượng là 20% mol hoặc lớn hơn và thành phần axit dicarboxylic bao gồm axit dicarboxylic béo mạch thẳng có 6 đến 18 nguyên tử cacbon với lượng là 70% mol hoặc lớn hơn, và

phương pháp này bao gồm bước cho thành phần diamin và thành phần axit dicarboxylic phản ứng đa trùng ngưng khi không có mặt dung môi trong bình phản ứng phân đoạn có lắp một bình ngưng tụ riêng phần, và tiến hành phản ứng đa ngưng tụ bằng cách bổ sung thành phần diamin vào thành phần axit dicarboxylic nóng chảy liên tục hoặc gián đoạn trong khi duy trì áp suất bên trong của bình phản ứng ở 0,1MPaG hoặc lớn hơn và hệ phản ứng ở nhiệt độ mà cho phép toàn bộ hệ phản ứng được duy trì ở trạng thái lỏng, và bằng cách gia nhiệt pha hơi trong bình phản ứng đến nhiệt độ lớn hơn hoặc bằng điểm nóng chảy của muối nylon chứa thành phần diamin và thành phần axit dicarboxylic trước khi bổ sung 80% tổng lượng của thành phần diamin,

trong đó sau khi kết thúc quá trình bổ sung thành phần diamin, áp suất

bên trong của bình phản ứng được giảm đến áp suất khí quyển hoặc thấp hơn với tốc độ giảm áp suất là 0,1 đến 0,6MPa/giờ.

11. Phương pháp theo điểm 10, trong đó độ nhớt tương đối của nhựa copolyamit nằm trong khoảng từ 1,80 đến 4,20 ở nhiệt độ 25°C khi được đo trong axit sulfuric đậm đặc ở nồng độ 1g/100ml.

12. Phương pháp theo điểm 10, trong đó lượng của thành phần axit dicarboxylic béo mạch thẳng chứa axit adipic hoặc axit sebacic với lượng là bằng hoặc lớn hơn 70% mol.

13. Phương pháp theo điểm 10, trong đó xylylendiamin là hợp phần hai thành phần của m-xylylendiamin và p-xylylendiamin.