



(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) 
1-0022740

(51)⁷ **C09D 115/00, 119/02, C08J 3/21, C08L**
15/00, C08K 5/16, C08G 18/02, C08C
19/22

(13) **B**

(21) 1-2014-02977

(22) 29.02.2012

(86) PCT/MY2012/000039 29.02.2012

(87) WO2013/129905 06.09.2013

(45) 27.01.2020 382

(43) 25.12.2014 321

(73) NOBEL SCIENTIFIC SDN. BHD (MY)

38D-2A, Jalan Radin Anum, Bandar Baru Seri Petaling, Kuala Lumpur, Wilayah Persekutuan, Malaysia

(72) CHIENG, Diing, Yaw (MY), MAR, Hung Than (MY)

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

(54) **PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT SẢN PHẨM POLYME VÀ SẢN PHẨM POLYME**

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất sản phẩm polyme bao gồm các bước: điều chế dung dịch polyme bằng cách trộn hợp chất thứ nhất chứa nhóm carbodiimit với hợp chất thứ hai chứa nhóm được carboxyl hóa; xử lý sơ bộ khuôn bằng lớp phủ lót, trong đó lớp phủ lót này chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt, chất chống dính khuôn và dung dịch dạng ion; phủ dung dịch polyme này lên khuôn, trong đó bước phủ này được thực hiện trong vòng 2 giờ sau khi thực hiện bước điều chế dung dịch polyme; hóa cứng dung dịch polyme này; và lấy sản phẩm polyme ra khỏi khuôn. Dung dịch polyme này có thể chứa chất điều chỉnh độ pH chứa amoni hydroxit. Sáng chế cũng đề cập đến sản phẩm polyme được sản xuất bằng phương pháp này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất sản phẩm polyme, và sản phẩm polyme thu được, cụ thể sáng chế đề cập đến phương pháp giảm thời gian và chi phí sản xuất sản phẩm polyme này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các sản phẩm polyme có thể được sản xuất từ nhiều nguyên liệu và theo nhiều phương pháp. Thông thường, các hợp chất hữu cơ ở dạng lỏng được trộn với nhau trong bước, trong đó các hợp chất này được tạo liên kết ngang để tạo thành sản phẩm polyme đàn hồi dạng rắn. Các phương pháp đã biết tương đối tốn thời gian và năng lượng, có thể bao gồm bước phủ nhúng và đúc phun. Cụ thể, các phương pháp sản xuất sản phẩm polyme đã biết bao gồm bước hóa già sau khi cho các hợp chất hữu cơ phản ứng với nhau và thường được thực hiện trong vài ngày. Quá trình tạo liên kết ngang tiếp thông qua bước lưu hóa xảy ra tương đối chậm. Hơn nữa, nhiều phương pháp sản xuất sản phẩm polyme bao gồm bước làm sạch để loại bỏ các tạp chất bề mặt cũng tương đối mất thời gian. Toàn bộ các bước này làm tăng chi phí sản xuất sản phẩm polyme.

Do đó có nhu cầu cải tiến phương pháp sản xuất sản phẩm polyme nhằm giảm chi phí bằng cách giảm thời gian sản xuất, tức là giảm thời gian thực hiện các bước hóa già, lưu hóa và làm sạch. Ngoài ra, cũng có nhu cầu về sản phẩm polyme có khả năng phản ứng hóa học thấp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề cập đến phương pháp sản xuất sản phẩm polyme, bao gồm các bước điều chế dung dịch polyme bằng cách trộn hợp chất thứ nhất chứa nhóm carbodiimide với hợp chất thứ hai chứa nhóm được carboxyl hóa; xử lý sơ bộ khuôn bằng lớp phủ lót, trong đó lớp phủ lót này chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt, chất chống dính khuôn và dung dịch dạng ion; phủ dung dịch polyme này lên khuôn, trong đó bước phủ này được thực hiện trong vòng 2 giờ sau khi thực hiện bước điều chế dung dịch polyme; hóa cứng dung dịch polyme này; và lấy sản phẩm polyme ra khỏi khuôn.

Sáng chế cũng đề cập đến sản phẩm polyme được tạo ra từ latec nitril được carboxyl hóa đã được hóa cứng, được sản xuất bằng phương pháp nêu trên, trong đó sản phẩm polyme này chứa: hợp chất thứ nhất chứa nhóm carbodiimit, hợp chất thứ hai chứa nhóm được carboxyl hóa; và chất điều chỉnh độ pH chứa amoni hydroxit; và trong đó latec này không chứa chất tạo liên kết ngang bất kỳ chứa lưu huỳnh, kẽm oxit, axit stearic và chất tăng tốc.

Từ phần mô tả chi tiết sáng chế dưới đây, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rằng công nghệ sản xuất sản phẩm polyme theo sáng chế này ưu việt hơn hẳn các công nghệ đã biết. Đặc biệt, phương pháp theo sáng chế cho phép tạo ra sản phẩm polyme có chất lượng cao với chi phí rất thấp. Các dấu hiệu và ưu điểm của các phương án khác nhau theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dưới đây.

Mô tả chi tiết sáng chế

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rằng nhiều biến thể của phương pháp theo sáng chế có thể được sử dụng để sản xuất sản phẩm polyme của sáng chế. Nguyên lý của phương pháp sản xuất sản phẩm polyme dạng tấm mỏng theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dưới đây. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này hiểu rằng các phương án thích hợp khác có thể được thực hiện dựa theo phần mô tả này.

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất sản phẩm polyme. Ví dụ về sản phẩm polyme có thể được sản xuất theo phương pháp của sáng chế bao gồm bao cao su, găng tay y tế, găng tay phẫu thuật và/hoặc găng tay dùng trong phòng thí nghiệm. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này hiểu rằng các sản phẩm polyme thích hợp khác cũng có thể được sản xuất dựa theo phần mô tả này. Tốt hơn nếu, các sản phẩm polyme được sản xuất theo phương pháp của sáng chế không chứa chất tạo liên kết ngang như lưu huỳnh, kẽm oxit, axit stearic và chất tăng tốc như carbamat, thiazol, thiuram, thioure, sulphenamit, xanthat, guanidin và các dẫn xuất của chúng.

Theo một phương án, phương pháp sản xuất sản phẩm polyme theo sáng chế, bao gồm bước điều chế dung dịch polyme bằng cách trộn hợp chất thứ nhất chứa nhóm carbodiimit với hợp chất thứ hai chứa nhóm được carboxyl hóa. Dung dịch polyme này được phủ lên khuôn, sau đó được hóa cứng. Theo phương án ưu tiên, dung dịch polyme này có thể được phủ lên khuôn trong vòng 2 giờ sau khi thực hiện bước điều chế dung dịch polyme, cho phép giảm được tối đa tổng thời gian sản xuất.

Thuật ngữ “polyme” được dùng trong bản mô tả để chỉ hợp chất có trọng lượng phân tử cao chứa các đơn vị cấu trúc lặp lại và có thể là cao su hoặc polyme dạng đàn hồi bao gồm homopolyme, copolyme, terpolyme và các biến thể của chúng, bao gồm cả hỗn hợp các polyme. Thuật ngữ “dung dịch polyme” được dùng trong bản mô tả để chỉ hỗn hợp chứa ít nhất một hợp chất thứ nhất chứa nhóm carbodiimit và hợp chất thứ hai chứa nhóm được carboxyl hóa, cùng với dung môi thích hợp bất kỳ. Sản phẩm polyme theo sáng chế là sản phẩm được sản xuất theo phương pháp của sáng chế, như găng tay.

Ví dụ về hợp chất thứ nhất chứa nhóm carbodiimit thích hợp bao gồm, mono-carbodiimit, di-carbodiimit, tri-carbodiimit, tetra-carbodiimit, oligo-carbodiimit hoặc poly-carbodiimit dạng béo hoặc dạng thơm và hỗn hợp của chúng, chứa nhóm chức carbodiimit $-N=C=N-$. Ví dụ về nhóm mono-carbodiimit thích hợp bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở dicyclohexylcarbodiimit, diisopropylcarbodiimit, dimethylcarbodiimit, diisobutylcarbodiimit, di-*t*-butylcarbodiimit, *t*-butylisopropylcarbodiimit, dioctylcarbodiimit, diphenylcarbodiimit, *N,N'*-bis(2-methylphenyl)carbodiimit, 1,3-di-*p*-tolylcarbodiimit, di- β -naphthylcarbodiimit, etyl-3-(3-dimethylaminopropyl)carbodiimit, 1,3-bis(trimethylsilyl)carbodiimit, *N*-(*tert*-butyl)-*N'*-(2,6-diclophenyl)carbodiimit, *N*-(*tert*-butyl)-*N'*-(1-(2-clophenyl)-1-metyletyl)carbodiimit và *N*-butyl-*N'*-(1-(2-clophenyl)-1-metyletyl)carbodiimit. Ví dụ về nhóm poly-carbodiimit thích hợp bao gồm polycarbodiimit có trình tự polyme được kết thúc bằng diisoxyanat dạng thơm, dạng béo hoặc mạch vòng và hỗn hợp của chúng, ví dụ, tetrametylxylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, 4,4'-dicyclohexylmetan diisoxyanat, toluen-2,4-diisoxyanat, toluen-2,6-diisoxyanat, diphenylmetan-4,4-diisoxyanat, 1,4-phenylen-diisoxyanat, dicyclohexylmetan-4,4'-diisoxyanat, 3-isocyanatometyl-3,3,5-trimetylcyclohexylisoxyanat, 1,6-hexylđiisoxyanat, 1,4-cyclohexyl-diisoxyanat, norbonylđiisoxyanat, 1,5-naphtylen diisoxyanat, 4,4-diphenyldimethylmetan diisoxyanat, 1,3-phenylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, xylylen diisoxyanat, và metylcyclohexan diisoxyanat. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rằng các nhóm carbodiimit thích hợp khác cũng có thể được sử dụng để thực hiện sáng chế.

Ví dụ về hợp chất thứ hai chứa nhóm được carboxyl hóa thích hợp bao gồm latec cao su thiên nhiên đã được biến tính, polyme tổng hợp được sản xuất từ acrylonitril, butadien, isopren, styren, clopren, etylen, vinyl clorua và copolyme, hợp phần và hỗn hợp

của chúng. Ví dụ về nhóm được carboxyl hóa thích hợp trong polyme bao gồm, axit carboxylic như axit prop-2-enoic, axit 2-metylpropenoic, axit 2-metylidienbutendioic, axit (Z)-butendioic, axit (E)-butendioic và axit (E)-but-2-enoic, hoặc anhydrit của chúng chứa este prop-2-enoic như methyl-propenoat, etyl-propenoat, butyl-propenoat, 2-ethylhexyl-propenoat và 2-hydroxyetyl-propenoat, hoặc monome acrylic như acrylamit và acrylonitril, hoặc α -methylstyren, vinyl axetat hoặc các hợp chất tương tự. Theo một phương án, hợp chất thứ hai có thể là terpolyme của acrylonitril và axit 2-metylpropenoic, với hàm lượng axit 2-metylpropenoic nằm trong khoảng từ 1% đến 10% tính theo trọng lượng khô của chất nền polyme, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 2% đến 7% tính theo trọng lượng khô của chất nền polyme. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này sẽ hiểu rằng các nhóm được carboxyl hóa thích hợp khác cũng có thể được sử dụng để thực hiện sáng chế.

Dung dịch polyme chứa hợp chất thứ nhất chứa nhóm carbodiimide, hợp chất thứ hai chứa nhóm được carboxyl hóa và nước, như nước đã khử khoáng. Theo phương án ưu tiên, dung dịch polyme này cũng có thể chứa chất điều chỉnh độ pH, như chất kiềm yếu. Ví dụ dung dịch polyme có thể chứa chất kiềm yếu, như amoni hydroxit với hàm lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 10% khối lượng tính theo tổng khối lượng của dung dịch này. Dung dịch polyme cũng có thể chứa các chất bổ trợ, ví dụ chất chống oxy hóa như sản phẩm butyl hóa của *p*-cresol và xyclopentadien (BPC), chất chống ozon hóa như sáp parafin, chất độn khoáng, chất làm trơn, chất khử mùi, chất nhuộm, dioxit, chất làm đặc, chất khử bọt, chất làm ẩm, chất màu như titan dioxit.

Theo phương án ưu tiên, dung dịch polyme có thể được trộn trong các điều kiện nhẹ, ví dụ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30°C đến 40°C trong điều kiện khuấy từ từ trong thời gian nhỏ hơn hai giờ, hoặc nhỏ hơn một giờ, hoặc nhỏ hơn 30 phút. Do đó, bước phủ dung dịch polyme có thể được thực hiện trong hai giờ, trong một giờ, hoặc trong 30 phút sau khi thực hiện bước điều chế dung dịch polyme. Bước hóa già trong thời gian ngắn như vậy giúp giảm tối đa lượng dung dịch polyme cần bảo quản tại khu vực sản xuất trong nhiều ngày.

Khi dung dịch polyme được điều chế và sẵn sàng để phủ, thì nó có thể được phủ lên khuôn. Thuật ngữ “khuôn” được dùng trong bản mô tả để chỉ khuôn có hình dạng tiêu chuẩn, ví dụ chi tiết cần được phủ dung dịch polyme trước khi hóa cứng, và có thể bao gồm khuôn được dùng trong phương pháp phủ nhúng. Tùy thuộc vào sản phẩm polyme

cần sản xuất, bề mặt của lòng khuôn đúc dùng trong quy trình đúc phun cũng có thể được sử dụng làm khuôn.

Đối với phương pháp phủ nhúng, trước khi nhúng khuôn vào dung dịch polyme, khuôn này cần được xử lý sơ bộ. Ví dụ, bước xử lý sơ bộ có thể bao gồm bước xử lý sơ bộ khuôn bằng lớp phủ lót chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt, chất chống dính khuôn và dung dịch dạng ion. Ví dụ, lớp phủ lót có thể chứa hỗn hợp gồm dung dịch phủ lót thứ nhất chứa ion canxi với hàm lượng nằm trong khoảng từ 8% đến 20% khối lượng tính theo tổng khối lượng của dung dịch này, dung dịch phủ lót thứ hai chứa chất hoạt động bề mặt dạng không ion không chứa silicon với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,05% đến 0,25% khối lượng tính theo tổng khối lượng của dung dịch này, và dung dịch phủ lót thứ ba chứa chất chống dính khuôn đã được làm đồng nhất trước đó với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,5% khối lượng tính theo tổng khối lượng của dung dịch này. Khuôn này có thể được phủ bằng lớp phủ lót (ví dụ, bằng cách nhúng), và làm khô ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 130°C trong 60 giây hoặc lâu hơn. Tốt hơn nếu, nhiệt độ bề mặt của khuôn nằm trong khoảng từ 50°C đến 60°C khi dung dịch polyme được phủ lên khuôn.

Sau khi khuôn đã được chuẩn bị, có thể phủ dung dịch polyme lên khuôn. Bước này có thể được thực hiện theo nhiều cách thức khác nhau. Ví dụ, khuôn (tùy ý đã được phủ lót sơ bộ) có thể được nhúng vào dung dịch polyme trong khoảng thời gian ngắn (5-20 giây) ở điều kiện môi trường xung quanh, sau đó làm khô. Bước làm khô có thể được thực hiện trong lò ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 130°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 30 đến 60 giây. Kết quả là khuôn được phủ bằng gel ướt. Tùy ý, gel ướt này có thể được xử lý bằng axit hữu cơ trung bình để giảm độ pH của gel này. Tùy ý, bước ngâm rửa sơ bộ cũng có thể được thực hiện bằng cách nhúng khuôn đã được phủ gel ướt vào nước ấm. Chất làm trơn cũng có thể được phủ lên gel ướt này. Mép của gel ướt bán khô này có thể được vẽ tròn gập xuống để tạo ra gân tròn. Gân tròn này có thể giúp cho việc lấy sản phẩm polyme ra khỏi khuôn.

Ngoài việc giảm thời gian bước hóa già, bước hóa cứng dung dịch polyme cũng có thể được giảm thiểu. Bước hóa cứng dung dịch polyme tạo ra sản phẩm rắn trung gian. Ví dụ, khi hợp chất thứ hai là latec đàn hồi butadien acrylonitril, bước hóa cứng có thể được tăng tốc bằng cách thực hiện ở nhiệt độ giảm và trong thời gian nhỏ hơn 20 phút để tạo ra latec nitril được carboxyl hóa đã được hóa cứng. Tốt hơn nữa nếu, bước hóa cứng

có thể được thực hiện trong thời gian nằm trong khoảng từ 8 đến 20 phút, hoặc 12 đến 16 phút trong lò ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 130°C, hoặc ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 90°C.

Sau đó, sản phẩm rắn hoặc latec trung gian này có thể được làm sạch để loại bỏ tạp chất bề mặt. Theo phương án ưu tiên, thời gian thực hiện bước ngâm rửa cũng có thể được giảm thiểu do không cần loại bỏ chất tăng tốc, lưu huỳnh, kẽm oxit hoặc các chất tạo liên kết ngang khác. Bước ngâm rửa cũng có thể được thực hiện bằng cách nhúng latec này vào nước có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50°C đến 60°C chỉ trong thời gian nằm trong khoảng từ 50 đến 120 giây, tốt hơn nếu chỉ trong thời gian nằm trong khoảng từ 50 đến 70 giây. Khi bước ngâm rửa được hoàn thành, latec này có thể được làm khô và sản phẩm polyme thu được có thể được lấy ra khỏi khuôn (ví dụ sản phẩm dạng tấm mỏng có chiều dày nằm trong khoảng từ 0,03mm đến 0,33mm, bao gồm găng tay, bao tay, bao cao su, bình cầu, túi bàng quang, ống thông, ống cao su, dây cao su, garô, dây đàn hồi, màng chống thấm, màng nha khoa, màng bảo vệ, v.v). Tùy ý, sản phẩm polyme được sản xuất theo phương pháp nêu trên có thể được hóa rắn hoàn toàn trong 12 giờ đến 24 giờ trong phòng được điều chỉnh độ ẩm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1-5.

Các sản phẩm polyme được sản xuất từ các thành phần được thể hiện trong Bảng 1, các thành phần này được trộn ở nhiệt độ khoảng 30°C trong khoảng 60 phút. Các hợp chất chứa nhóm được carboxyl hóa có bán trên thị trường (ELx-A, ELx-B, ELx-C, ELx-E và ELx-F) được trộn với hợp chất chứa nhóm carbodiimide (CDI), cùng với amoni hydroxit, chất chống oxy hóa (sản phẩm butyl hóa của *p*-cresol và xyclopentadien (BPC)), và titan đioxit (TiO₂). Hàm lượng của mỗi thành phần trong dung dịch polyme này được tính theo 100 phần trọng lượng khô của hợp chất chứa nhóm được carboxyl hóa. Nước đã khử khoáng được bổ sung vào hỗn hợp này để tạo ra dung dịch polyme chứa hàm lượng chất rắn nằm trong khoảng từ 15% đến 20%. Các khuôn sạch được phủ đều bằng dung dịch phủ lót, sau đó bằng các dung dịch polyme khác nhau được thể hiện trong Bảng 1. Hỗn hợp gel ướt được tạo ra trên các khuôn được hóa cứng ở nhiệt độ 130°C trong 15 phút. Các sản phẩm polyme dạng tấm đã hóa cứng được lấy ra khỏi khuôn và bảo quản trong 24 giờ.

Bảng 1

Thành phần	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5
ELx-A	100	-	-	-	-
ELx-B	-	100	-	-	-
ELx-C (5% đến 6% MAA)	-	-	100	-	-
ELx-E	-	-	-	100	-
ELx-F	-	-	-	-	100
NH ₄ OH	1	1	1	1	1
CDI eq. 430	2	2	2	2	2
BPC	1	1	1	1	1
TiO ₂	1	1	1	1	1
MAA = axit 2-metylpropenoic					

Các sản phẩm polyme dạng tấm được sản xuất theo các ví dụ 1-5 được đánh giá thử nghiệm về độ bền kéo (tensile strength - TS), độ giãn, độ đàn hồi 300% và độ đàn hồi 500% theo phương pháp ASTM D-412, độ giãn kéo (elongation break - Eb), tính kháng dung môi toluen (LS-t) và xyclohexanon (LS-c). Kết quả thử nghiệm được thể hiện trong Bảng 2. Kết quả thử nghiệm cho thấy các hợp chất chứa nhóm được carboxyl hóa đã liên kết ngang hiệu quả với hợp chất chứa nhóm carbodiimide và các sản phẩm polyme thu được có độ bền kéo và tính kháng dung môi không phân cực toluen (<85% giãn nở đều) và dung môi phân cực xyclohexanon rất cao (<123% giãn nở đều).

Bảng 2

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5
Đặc tính vật lý					
Chiều dày, mm	0,06-0,07	0,06-0,07	0,06-0,07	0,06-0,07	0,06-0,07
TS, MPa	21-23	32-37	29-35	29-37	30-37
M300, MPa	1,8-2,1	2,3-2,8	1,8-2,3	2,1-2,3	1,9-2,1
M500, MPa	4-5,2	5,9-8,8	4,4-5,9	4,5-6,3	4-4,6
Eb, %	700	650-700	650-700	700-750	700-750
LS-t, %	62-68	-	73-85	50-56	65-72
LS-c, %	100-112	100-112	104-108	115-123	108-123
Sản phẩm polyme dạng tấm giãn nở đều trong toluen (LS-t); xyclohexanon (LS-c).					

Ví dụ 6-9

Các sản phẩm polyme dạng tấm mỏng được sản xuất theo phương pháp giống như phương pháp được mô tả trong Ví dụ 1, khác biệt ở chỗ các sản phẩm này được sản xuất bằng các hợp chất chứa nhóm carbodiimide khác nhau (CDI) ở hàm lượng bằng 5% tính theo 100 phần khối lượng của hợp chất chứa nhóm được carboxyl hóa như được thể hiện trong Bảng 3. Đặc tính vật lý của các sản phẩm này được thể hiện trong Bảng 4. Kết quả thử nghiệm cho thấy hợp chất chứa carbodiimide đã được liên kết ngang hiệu quả với hợp

chất chứa nhóm được carboxyl hóa để tạo ra các sản phẩm polyme dạng tấm mỏng có độ bền kéo cao. Ở hàm lượng CDI cao, các sản phẩm polyme này có tính kháng cả dung môi không phân cực lẫn dung môi phân cực cao hơn các sản phẩm được sản xuất theo ví dụ 1-5.

Bảng 3

Thành phần	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8	Ví dụ 9
ELx-C 5,5% MAA	100	100	100	100
NH ₄ OH	1	1	1	1
CDI eq. 445	5	-	-	-
CDI eq. 590	-	5	-	5
CDI eq. 385	-	-	5	-
CDI eq. 430	-	-	-	5
BPC	1	1	1	1
TiO ₂	1	1	1	1
Eq = Đương lượng của nhóm carbodiimide, tức là trọng lượng trung bình của 1 mol nhóm carbodiimide trong công thức hóa học của polyme. Ví dụ, CDI eq. 430 có nghĩa là 1 mol nhóm carbodiimide trong trình tự polyme polycarbodiimide có trọng lượng trung bình bằng 430g.				

Bảng 4

	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8	Ví dụ 9
Đặc tính vật lý				
Chiều dày, mm	0,06-0,07	0,06-0,07	0,06-0,07	0,06-0,07
TS, MPa	28-36	35-37	34-40	35-40
M300, MPa	3,6-4,7	1,9-2,6	4,1-5,4	5,5-7,5
M500, MPa	12,7-25	4,1-5,6	32-38	28-36
Eb, %	500-550	650-750	500-550	500-550
LS-t, %	40-52	40-52	40-52	40-52
LS-c, %	81-85	96-108	73-77	77
Sản phẩm polyme dạng tấm giãn nở đều trong toluen (LS-t); cyclohexanon (LS-c).				

Ví dụ 10-15

Các sản phẩm polyme dạng tấm mỏng được sản xuất theo phương pháp giống như phương pháp được mô tả trong Ví dụ 1, khác biệt ở chỗ các sản phẩm này được sản xuất bằng hợp chất chứa nhóm carbodiimide có Eq. 430 ở hàm lượng khác nhau, như được thể hiện trong Bảng 5. Đặc tính vật lý của các sản phẩm polyme này được thể hiện trong Bảng 6. Kết quả thử nghiệm cho thấy hợp chất chứa nhóm carbodiimide có thể được sử dụng ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 1% đến 15% tính theo 100 phần khối lượng của hợp chất chứa nhóm được carboxyl hóa để tạo ra các chế phẩm polyme dạng tấm mỏng có độ bền hóa học khác nhau. Kết quả thử nghiệm cũng cho thấy thời gian thấm hoàn toàn của dung môi phân cực qua sản phẩm polyme dạng tấm đàn hồi này là lớn hơn 330 phút.

Bảng 5

Thành phần	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 13	Ví dụ 14	Ví dụ 15
ELx-C 5,5% MAA	100	100	100	100	100	100
NH ₄ OH	1	1	1	1	1	1
CDI eq. 430	1	2	3	5	10	15
BPC	1	1	1	1	1	1
TiO ₂	1	1	1	1	1	1

Bảng 6

	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 13
Đặc tính vật lý				
Chiều dày, mm	0,07-0,08	0,07-0,08	0,07-0,08	0,07-0,08
TS, MPa	27-41	29-35	30-44	30-35
M300, MPa	1,5-2,1	1,8-2,3	2,6-4	4,8-5,1
M500, MPa	2,7-5,1	4,4-5,9	9,5-16,5	19-20
Eb, %	700-750	650-700	600-650	550-600
LS-t, %	-	73-85	-	40-52
LS-c, %	123-135	100	85-88	77-88
LS-h, %	0-4	0-4	0-4	0-4
LS-a, %	42-50	35-48	35-42	27-35
BT-c, phút	-	-	-	> 360

Bảng 6-Tiếp theo

	Ví dụ 14	Ví dụ 15
Đặc tính vật lý		
Chiều dày, mm	0,09-0,1	0,08-0,09
LS-t, %	40-44	40-44
LS-c, %	68-72	64-68
LS-h, %	0-4	0-4
LS-a, %	30-38	30-38
BT-c, phút	> 334	> 330
Sản phẩm polyme dạng tấm giãn nở đều trong toluen (LS-t); xyclohexanon (LS-c); hexan (LS-h); axeton (LS-a) BT-c = thời gian thấm hoàn toàn của xyclohexanon qua sản phẩm polyme dạng tấm đàn hồi.		

Ví dụ so sánh 16

Các sản phẩm polyme dạng tấm mỏng đàn hồi được sản xuất bằng cách sử dụng nguyên liệu không chứa chất tăng tốc và lưu huỳnh được mô tả trong Đơn công bố Patent Mỹ 2002/0114943 A1, như được thể hiện trong Bảng 7. Kẽm oxit (ZnO) được sử dụng để tạo liên kết ngang với latec carboxylat. Dung dịch kali hydroxit (KOH) được sử dụng để điều chỉnh độ pH của dung dịch polyme đến độ pH bằng khoảng 9,5.

Ví dụ so sánh 17

Các sản phẩm polyme dạng tấm mỏng đàn hồi được sản xuất bằng cách sử dụng nguyên liệu không chứa kẽm được mô tả trong Patent Mỹ 6,451,893, như được thể hiện trong Bảng 7. Chất tăng tốc kẽm đi-n-butylđithiocarbamat (ZDBC) và kẽm mercaptobenzothiazol (ZMBT) và lưu huỳnh được sử dụng để tạo liên kết ngang với latec carboxylat. Chất chống oxy hóa 2,2'-metylen-bis-(4-metyl-6-butylphenol) (MBPC) được sử dụng.

Ví dụ so sánh 18

Các sản phẩm polyme dạng tấm mỏng đàn hồi được sản xuất bằng cách sử dụng nguyên liệu thông thường chứa chất tăng tốc, lưu huỳnh và kẽm oxit như được thể hiện trong Bảng 7.

Ví dụ so sánh 19

Các sản phẩm polyme dạng tấm mỏng đàn hồi được sản xuất bằng cách sử dụng latec nitril được carboxyl hóa dạng liên kết ngang (X-NBR-SXL) được mô tả trong WO 2011/068394, như được thể hiện trong Bảng 7.

Đặc tính vật lý của các sản phẩm này được thể hiện trong Bảng 8. Các sản phẩm polyme dạng tấm mỏng này có đặc tính vật lý rất tốt, nhưng độ bền hóa học của chúng thấp hơn các sản phẩm polyme theo sáng chế. Thời gian thấm hoàn toàn của xyclohexanon qua các sản phẩm polyme dạng tấm mỏng trong các ví dụ so sánh là rất ngắn.

Bảng 7

Thành phần	Ví dụ so sánh 16	Ví dụ so sánh 17	Ví dụ so sánh 18	Ví dụ so sánh 19
ELx-C 5,5% MAA	100	100	100	-
X-NBR-SXL	-	-	-	100
KOH	1	1	1	1,35
ZnO	1	-	1	1,2
ZDBC	-	1	0,5	-
ZMBT	-	1	-	-
Lưu huỳnh	-	3	1	-
BPC	1	-	1	1
MBPC	-	0,5	-	-
TiO ₂	1,5	0,5	1	0,75
Chất màu xanh	0,15	-	-	0,05

Bảng 8

	Ví dụ so sánh 16	Ví dụ so sánh 17	Ví dụ so sánh 18	Ví dụ so sánh 19
Đặc tính vật lý				
Chiều dày, mm	0,09-0,1	0,08-0,09	0,08-0,1	0,1
TS, MPa	45-46	36-43	31-47	24-25
M300, MPa	3,8-4,5	8,9-9,3	2,1-3,6	3,1-7
M500, MPa	10-13,4	4,4-6,6	4,1-8,3	6,9-8,2
Eb, %	650-700	700-750	650-750	650-750
LS-t, %	84-88	80	70-74	68-72
LS-c, %	112-168	148	120-128	120-124
BT-c, phút	8-12	15	7	10-13
Sản phẩm polyme dạng tấm giãn nở đều trong toluen (LS-t); xyclohexanon (LS-c); BT-c = thời gian thấm hoàn toàn của xyclohexanon qua sản phẩm polyme dạng tấm đàn hồi.				

Ví dụ 20-23

Găng tay đàn hồi được sản xuất bằng cách sử dụng các thành phần giống như trong Ví dụ 11, khác biệt ở chỗ sản phẩm này được hóa cứng ở các nhiệt độ khác nhau nằm trong khoảng từ 80°C đến 130°C, trong 15 phút. Đặc tính vật lý của các sản phẩm này được thể hiện trong Bảng 9. Kết quả thử nghiệm cho thấy các sản phẩm găng tay này có các đặc tính vật lý và độ bền hóa học rất cao. Thử nghiệm độ bền cho thấy găng tay được tạo liên kết ngang bằng hợp chất chứa nhóm carbodiimide có thể đeo trong hơn 3 giờ không gây thoát mồ hôi cho người sử dụng trong điều kiện làm việc thực tế.

Bảng 9

	Ví dụ 20	Ví dụ 21	Ví dụ 22	Ví dụ 23
Nhiệt độ hóa cứng	110°C	120°C	130°C	80°C
Đặc tính vật lý				
Chiều dày, mm	0,08-0,09	0,08-0,09	0,08-0,09	0,07-0,08
TS, MPa	36-41	34-41	35-41	36-44
M300, MPa	3,5-3,8	3,5-4	3,2-4,6	3,9-4,1
M500, MPa	10,6-12,9	8,2-14,8	9,2-13,3	10,2-11
Eb, %	600-650	600-650	600-650	650-700
LS-c, %	82-88	85-88	84-87	83-92
Độ bền, phút	> 180	> 180	> 180	> 180
Sản phẩm polyme dạng tấm giãn nở đều trong xyclohexanon (LS-c). Độ bền = thời gian để găng tay hỏng, thủng hoặc rách (đặc biệt ở khuỷu tay) sau khi hao mòn trong điều kiện làm việc thực tế.				

Ví dụ 24-27

Các sản phẩm polyme dạng tấm mỏng được sản xuất bằng cách sử dụng các thành phần giống như trong Ví dụ 11, khác biệt ở chỗ các sản phẩm này được sử dụng ở các giai đoạn khác nhau trong thời hạn bảo quản của nó trong khoảng từ 1 đến 168 giờ sau khi bổ sung hợp chất chứa nhóm carbodiimide vào latec này. Đặc tính vật lý của các sản phẩm này được thể hiện trong Bảng 10.

Bảng 10

	Ví dụ 24	Ví dụ 25	Ví dụ 26	Ví dụ 27
Thời gian bảo quản trong bình	1 giờ	24 giờ	48 giờ	168 giờ
Đặc tính vật lý				
Chiều dày, mm	0,08	0,08	0,08	0,08
TS, MPa	40-42	34-41	35-44	24-31
M300, MPa	3,8-4	2,6-3,2	2,6-3,3	2,3-2.5
M500, MPa	16,5	7.8-12.5	9,5-12.5	5.8-7.2
Eb, %	600	550-600	600-650	650-700
LS-c, %	89	89	85	100
Độ bền, phút	> 180	> 180	> 180	> 120
Sản phẩm polyme dạng tấm giãn nở đều trong xyclohexanon (LS-c). Độ bền = thời gian để găng tay hỏng, thùng hoặc rách (đặc biệt ở đặc biệt ở khuỷu tay) sau khi hao mòn trong điều kiện làm việc thực tế.				

Từ phần mô tả chi tiết nêu trên, rõ ràng là các thay đổi, bổ sung và các phương án thay thế khác có thể được thực hiện mà không nằm ngoài phạm vi của sáng chế. Ví dụ, theo một số phương án, kẽm oxit có thể được sử dụng kết hợp với hợp chất thứ nhất và hợp chất thứ hai mà không ảnh hưởng đáng kể đến sản phẩm polyme theo sáng chế. Các phương án được thảo luận đã được chọn để mô tả chi tiết nguyên lý của sáng chế cho phép người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này có thể thực hiện sáng chế theo các phương án và các thay đổi khác nhau phù hợp với mục đích sử dụng mong muốn. Tất cả các thay đổi và biến đổi này đều nằm trong phạm vi của sáng chế như được xác định bởi bộ yêu cầu bảo hộ kèm theo.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất sản phẩm polyme, bao gồm các bước:

điều chế dung dịch polyme bằng cách trộn hợp chất thứ nhất chứa nhóm carbodiimide với hợp chất thứ hai chứa nhóm được carboxyl hóa;

xử lý sơ bộ khuôn bằng lớp phủ lót, trong đó lớp phủ lót này chứa ít nhất một chất hoạt động bề mặt, chất chống dính khuôn và dung dịch dạng ion;

phủ dung dịch polyme này lên khuôn, trong đó bước phủ này được thực hiện trong vòng 2 giờ sau khi thực hiện bước điều chế dung dịch polyme;

hóa cứng dung dịch polyme này; và

lấy sản phẩm polyme ra khỏi khuôn.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước phủ dung dịch polyme lên khuôn bao gồm bước nhúng khuôn này vào dung dịch polyme.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung dịch polyme còn chứa nước đã khử khoáng.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước điều chế dung dịch polyme được thực hiện mà không sử dụng lưu huỳnh, kẽm oxit và/hoặc chất tăng tốc.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước phủ được thực hiện trong vòng 1 giờ sau khi thực hiện bước điều chế dung dịch polyme.

6. Phương pháp theo điểm 5, trong đó bước phủ được thực hiện trong vòng 30 phút sau khi thực hiện bước điều chế dung dịch polyme.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước hóa cứng được thực hiện trong thời gian nằm trong khoảng từ 8 đến 20 phút.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó bước hóa cứng được thực hiện trong thời gian nằm trong khoảng từ 12 đến 16 phút.

9. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước hóa cứng dung dịch polyme tạo ra latec nitril được carboxyl hóa đã được hóa cứng, và phương pháp này còn bao gồm bước ngâm rửa latec này trong thời gian nằm trong khoảng từ 50 đến 120 giây sau bước hóa cứng.

10. Phương pháp theo điểm 9, trong đó bước ngâm rửa latec được thực hiện trong thời gian nằm trong khoảng từ 50 đến 70 giây sau bước hóa cứng.

11. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước hóa cứng được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 90°C.

12. Sản phẩm polyme được tạo ra từ latec nitril được carboxyl hóa đã được hóa cứng, được sản xuất bằng phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó sản phẩm polyme này chứa:

hợp chất thứ nhất chứa nhóm carbodiimit, hợp chất thứ hai chứa nhóm được carboxyl hóa; và

chất điều chỉnh độ pH chứa amoni hydroxit; và

trong đó latec này không chứa chất bất kỳ trong số chất tạo liên kết ngang chứa lưu huỳnh, kẽm oxit, axit stearic và chất tăng tốc.

13. Sản phẩm polyme theo điểm 12, trong đó chất tăng tốc được chọn từ nhóm bao gồm carbamat, thiazol, thiuram, thioure, sulphenamit, xanthat, guanidin hoặc các dẫn xuất của chúng.

14. Sản phẩm polyme theo điểm 12, trong đó latec còn chứa ít nhất một chất màu.

15. Sản phẩm polyme theo điểm 12, trong đó latec còn chứa chất chống oxy hóa và chất chống ozon hóa.

16. Sản phẩm polyme theo điểm 12, trong đó sản phẩm polyme này là sản phẩm dạng tấm mỏng có chiều dày nằm trong khoảng từ 0,03mm đến 0,33mm.