



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201609928 A

(43)公開日：中華民國 105 (2016) 年 03 月 16 日

(21)申請案號：104121958

(22)申請日：中華民國 104 (2015) 年 07 月 07 日

(51)Int. Cl.：

*C08L33/04 (2006.01)**C08F220/10 (2006.01)**B29C39/18 (2006.01)**G02B21/26 (2006.01)**G01N1/28 (2006.01)*

(30)優先權：2014/07/10

英國

1412263.4

(71)申請人：盧希特國際公司 (英國) LUCITE INTERNATIONAL UK LIMITED (GB)

英國

(72)發明人：奇胡爾 麥可 史戴方 CHISHOLM, MICHAEL STEPHEN (GB)

(74)代理人：閻啟泰；林景郁

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：37 項 圖式數：0 共 37 頁

(54)名稱

多組份丙烯酸冷硬化組成物

A MULTI-PART ACRYLIC COLD-CURING COMPOSITION

(57)摘要

本發明描述一種多組份丙烯酸冷硬化組成物，其用於金相學模具以生產金相學底座。該組成物具有儲存穩定固體組份及儲存穩定液體組份。可操作該組份以形成在將該等組份混合在一起後聚合成固體塊狀物之混合物。該固體組份包含聚合物粉末及引發劑，且該液體組份包含丙烯酸單體及視情況活化劑或加速劑。該引發劑以使該丙烯酸單體組份在與該液體組份混合後能有效聚合之量存在。該組成物包含含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體。該組成物液體組份可含有單官能性單體與多官能性單體之混合物，其中該等多官能性單體包含 12% w/w 與 22% w/w 之間的未硬化組成物中之總單體。亦描述金相學底座及生產該等底座之方法。

A multi-part acrylic cold curing composition for metallography moulds to produce a metallography mount is described. The composition has a storage stable solid part and a storage stable liquid part. The parts are operable to form a mixture which polymerises to a solid mass upon mixing of the parts together. The solid part comprises polymer powder and initiator and the liquid part comprises acrylic monomer and optionally activator or accelerator. The initiator is present in an amount effective to polymerize the acrylic monomer component upon being mixed with the liquid part. The composition comprises a cyclic ester side group containing monofunctional acrylic monomer. The composition liquid part may contain a mixture of monofunctional monomer(s) and polyfunctional monomer(s), wherein the polyfunctional monomers comprise between 12 and 22% w/w of the total monomers in the uncured composition. Metallography mounts and processes for producing the mounts are also described.

發明摘要

※ 申請案號：104121958

※ 申請日：104.7.7

※IPC 分類：

C08L33/04(2006.01)
C08F220/10(2006.01)
B29C39/18(2006.01)
G02B21/26(2006.01)
G01N1/28(2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

多組份丙烯酸冷硬化組成物

A MULTI-PART ACRYLIC COLD-CURING COMPOSITION

【中文】

本發明描述一種多組份丙烯酸冷硬化組成物，其用於金相學模具以生產金相學底座。該組成物具有儲存穩定固體組份及儲存穩定液體組份。可操作該組份以形成在將該等組份混合在一起後聚合成固體塊狀物之混合物。該固體組份包含聚合物粉末及引發劑，且該液體組份包含丙烯酸單體及視情況活化劑或加速劑。該引發劑以使該丙烯酸單體組分在與該液體組份混合後能有效聚合之量存在。該組成物包含含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體。該組成物液體組份可含有單官能性單體與多官能性單體之混合物，其中該等多官能性單體包含 12% w/w 與 22% w/w 之間的未硬化組成物中之總單體。亦描述金相學底座及生產該等底座之方法。

【英文】

A multi-part acrylic cold curing composition for metallography moulds to produce a metallography mount is described. The composition has a storage stable solid part and a storage stable liquid part. The parts are operable to form a mixture which polymerises to a solid mass upon mixing of the parts together. The solid part comprises polymer powder and initiator and the liquid part comprises acrylic monomer and optionally activator or accelerator. The initiator is present in an

amount effective to polymerize the acrylic monomer component upon being mixed with the liquid part. The composition comprises a cyclic ester side group containing monofunctional acrylic monomer. The composition liquid part may contain a mixture of monofunctional monomer(s) and polyfunctional monomer(s), wherein the polyfunctional monomers comprise between 12 and 22% w/w of the total monomers in the uncured composition. Metallography mounts and processes for producing the mounts are also described.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：無。

【本代表圖之符號簡單說明】：

無

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

多組份丙烯酸冷硬化組成物

A MULTI-PART ACRYLIC COLD-CURING COMPOSITION

【0001】 本發明係關於一種用於金相學以生產金相學底座之多組份，典型地雙組份冷硬化組成物，且特定言之但非排他地關於利用含環狀酯側基之丙烯酸單體的一種多組份冷硬化組成物。

【0002】 金相研究或金相學(亦稱為金相封裝)係檢查經製備材料表面上宏觀結構及微觀結構特徵。待藉由金相學檢查之試樣典型地藉由以下步驟進行準備工作：首先將各試樣封裝於塑膠底座內以有助於樣本製備期間之處理。此對於需要層體的完美邊緣保持或保護之試樣尤其重要。底座之直徑尺寸典型地在約 25 mm 至 75 mm 範圍內。安裝於樹脂之後，樣本製備隨後由以下組成；研磨，且隨後使用連續更精細磨料拋光以獲得所需表面加工。對於微觀結構檢查，需要鏡面加工，但精細研磨加工足以用於宏觀結構評估。化學或其他蝕刻方法通常用於描繪宏觀及微觀結構特徵。製備後，藉由肉眼、光顯微法及/或電子顯微法檢查樣本。

【0003】 使用兩種類型安裝技術：熱壓縮安裝(亦稱作熱安裝)及冷安裝。使用安裝技術之選擇視若干因素而定，諸如待檢查樣本之數目、所需品質及成本。

【0004】 熱安裝需要使用冶金安裝壓機。其在較短週期時間內產生用

於封裝冶金樣本之硬性底座且對於規則系列之進入樣本為理想的。所得底座具有高品質、均一尺寸及形狀，且需要較短處理時間。

【0005】 冷安裝適用於同時進入實驗室之較大系列樣本且亦適用於單個樣本。冷安裝尤其適合於對熱或壓力敏感的安裝試樣。另外，冷安裝無需安裝壓機之投資且因此有利於不頻繁安裝任務。一些冷安裝樹脂可用於真空含浸。

【0006】 用於冷安裝中之三種主要類型之樹脂為環氧樹脂、丙烯酸樹脂及聚酯樹脂。全部以雙組份系統形式供應。環氧樹脂及聚酯系統涉及樹脂及硬化劑。丙烯酸系統利用丙烯酸樹脂粉末及液體單體。樹脂硬化涉及放熱反應，且混合恰當比例成分對產生高品質底座至關重要。

【0007】 丙烯酸系統具有易於使用且提供較短硬化時間之特定優點。其極適合於不規則地成形樣品之連續安裝及常規作業或單個樣品。

【0008】 本發明涉及用於冷安裝之丙烯酸樹脂及單體領域。冷安裝製程涉及在環境溫度下在與丙烯酸樹脂粉末組合時液體單體之冷硬化（亦稱為自我硬化或自聚合）。

【0009】 用於金相學應用之丙烯酸樹脂為熟知的。固體組份一般包含甲基丙烯酸甲酯（MMA）、甲基丙烯酸乙酯（EMA）、甲基丙烯酸異丁酯（iBMA）或甲基丙烯酸正丁酯（nBMA）之均聚物或共聚物。

【0010】 液體組份一般包含單官能性甲基丙烯酸酯單體，諸如 MMA、EMA、iBMA 或 nBMA，單獨或以兩者或兩者以上混合物之形式。交聯單體亦可作為液體組份之一部分存在，諸如乙二醇二甲基丙烯酸酯。

【0011】 不幸地，單官能性甲基丙烯酸酯單體（諸如 MMA、EMA、

iBMA 及 nBMA) 面臨用於冷安裝應用之問題，使其不吸引人使用。舉例而言，與環氧樹脂及聚酯樹脂相比，其往往會具有相對較高氣味。另外，其屬於一類被列為可燃且運輸危險之材料，因此需要特殊運輸配置且儲存於特定區域。當使用該等材料時，此等因素導致成本增加且操作標準較高。

【0012】 氣味問題可藉由使用較高分子量單官能性甲基丙烯酸酯單體減輕，諸如 2-乙基甲基丙烯酸己酯、甲基丙烯酸辛酯或甲基丙烯酸十二烷基酯，但此等單體具有增加固體/液體組合聚合且凝固之時間的缺點。另外，所得底座由於玻璃轉移溫度 (T_g) 降低與單體轉化成聚合物之轉化率降低之組合而較軟。

【0013】 可考慮官能性單體，諸如甲基丙烯酸；或甲基丙烯酸羥烷基酯，諸如甲基丙烯酸羥基乙酯或甲基丙烯酸羥丙酯。此等單體之揮發性低於單官能性甲基丙烯酸酯單體，諸如 MMA、EMA、iBMA 及 nBMA，且其因此具有較低氣味，但其為應用帶來其他問題。舉例而言，甲基丙烯酸具有腐蝕性（因此需要特殊處理），且其在低於 15°C 之溫度下為固體。甲基丙烯酸羥基乙酯及甲基丙烯酸羥基丙酯為潛在的皮膚敏化劑。

【0014】 US5080583 描述一種藉由冷硬化方法用以製造畸齒矯正器具之雙組分丙烯酸單體-聚合物系統，亦即藉由在環境溫度下將兩種組分混合在一起且使其在引發劑及活化劑或加速劑之作用下硬化。亦添加芳精油以提供畸齒矯正器具令人愉快的味道及氣味。另外，將金屬硬體嵌入丙烯酸基質中，使得當裝置位於患者口中之適當位置時嵌入硬體朝外延伸而接觸患者之口。然而，US5080583 考慮到金相學研究未嵌入金屬硬體。另外，其教示甲基丙烯酸甲酯（若用於金相學，則具有揮發性、氣味及可燃性問

題之單體)在液體組份中之用途，如上文所詳述。

【0015】 EP2502942 論述使用單組份雙重引發劑 UV 及熱硬化組成物。該文獻教示避免過氧化物引發劑及偶氮基引發劑用於熱硬化之用途。單組份組成物替換據稱導致透明度缺乏且需要高壓力之 2-組份(2-K)系統。

【0016】 出人意料地，已發現可藉由在多組份丙烯酸系統中使用具有環狀酯側基之單官能性甲基丙烯酸酯單體達成針對金相學的改良所需特徵之組合(諸如快速凝固、硬度及清晰度與減輕氣味)、改良的易用性及運輸。

【0017】 根據本發明之第一態樣，提供一種用於金相學模具以產生金相學底座之多組份，較佳地為雙組份丙烯酸冷硬化組成物，其包含儲存穩定固體組份及儲存穩定液體組份，可操作該等組份以形成在將該等組份混合在一起後聚合成固體塊狀物之混合物，該固體組份包含聚合物粉末及引發劑，且該液體組份包含丙烯酸單體及視情況活化劑或加速劑，該引發劑組分以使該丙烯酸單體組分在與該液體組份混合後能有效聚合之量存在，其特徵在於該丙烯酸單體組分包含含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體。

【0018】 根據本發明之第二態樣，提供一種用於金相學模具以產生金相學底座之多組份，較佳地為雙組份冷硬化包裝，其包含第一容器及第二容器，該第一容器及該第二容器之內含物分別根據本發明之第一態樣的固體及液體組份。

【0019】 根據本發明之第三態樣，提供一種根據本發明之第一態樣的冷硬化組成物或根據本發明之第二態樣的包裝，其用作產生金相學底座之冷安裝金相學成型組成物。

【0020】 適合的含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體較佳為甲基丙烯酸酯單體，且包括甲基丙烯酸環狀脂族酯單體及甲基丙烯酸芳基酯單體。具有環狀脂族酯基團之單官能性甲基丙烯酸酯單體可選自甲基丙烯酸環己酯、甲基丙烯酸異冰片酯、甲基丙烯酸二環戊烯酯、甲基丙烯酸二氫二環戊二烯酯、甲基丙烯酸金剛烷基酯、甲基丙烯酸 4-第三丁基環己酯、甲基丙烯酸 3,3,5-三甲環己酯及甲基丙烯酸四氫呋喃酯。單官能性甲基丙烯酸芳基酯單體可選自甲基丙烯酸苯甲酯、甲基丙烯酸 2-苯氧基乙酯及甲基丙烯酸苯酯。視情況，用於液體組份之單官能性單體可包含一種以上單官能性丙烯酸單體之混合物。

【0021】 典型地，含環狀酯側基之單官能性單體組分包含 10% w/w 與 100% w/w 之間的未硬化組成物中之總單體，更典型地 50% w/w 與 98% w/w 之間，最典型地 70% w/w 與 96% w/w 之間。一般而言，單體之其餘部分由多官能性及視情況如本文中闡明之其他單官能性單體組成。因此，典型地，本文中描述之多官能性單體可包含 0 與 90% w/w 之間的未硬化組成物中之總單體，更典型地 2% w/w 與 50% w/w 之間，最典型地 4% w/w 與 30% w/w 之間。

【0022】 含環狀酯側基之單官能性單體或其殘基可包含 70% w/w 與 98% w/w 之間的未硬化組成物液體組份中之總單體或丙烯酸聚合物之單體殘基，典型 75% w/w 與 96% w/w 之間，或 80% 與 96% 之間，更典型地 75% w/w 與 90% w/w 之間，或 78% w/w 與 88% w/w 之間。

【0023】 典型地，多官能性單體或其殘基包含 2% w/w 與 30% w/w 之

間的未硬化組成物中之總單體或形成丙烯酸聚合物之單體殘基，更典型地 4% w/w 與 25% w/w 之間，或 4% w/w 與 20% w/w 之間，最典型地 10% w/w 與 25% w/w 之間，或 12% w/w 與 22% w/w 之間。

【0024】 典型地，丙烯酸單體組分包含 80% w/w 與 100% w/w 之間的液體組份，更典型地 90.0% w/w 與 99.8% w/w 之間，最典型地 92.5% w/w 與 99.5% w/w 之間。液體組份之其餘部分典型地由如本文中詳述之其他添加劑組成。因此，活化劑或加速劑包含 0 與 10% w/w 之間的液體組份，更典型地 0.2% w/w 與 7.5% w/w 之間，最典型地 0.5% w/w 與 5% w/w 之間。活化劑或加速劑之尤佳含量為高於液體組份之 2.0% w/w。

【0025】 典型地，固體及液體組份包含 90-100% w/w 組成物，更典型地約 100% w/w 組成物。

【0026】 較佳地，固體組份包含聚合物粉末及聚合引發劑及視情況其他添加劑，諸如催化劑、填充劑、顏料及染料。較佳地，液體組份包含液體單體，且除視情況選用之活化劑或加速劑之外，視情況包含其他添加劑，諸如穩定劑、填充劑、顏料及染料。

【0027】 當準備使用時，典型地在環境溫度下及大氣壓將固體及液體組份混合在一起以形成傾入含待封裝試樣之安裝杯中的可澆注混合物。一般而言，混合聚合引發劑與活化劑或加速劑之操作使混合物黏度增加且硬化成固體。

【0028】 當固體與液體組份混合在一起時，其形成液體或半固體糊狀物，該液體或半固體糊狀物在聚合引發劑及加速劑作用下黏度增加且硬化成固體。首先，聚合物粒子經單體潤濕、溶合且開始溶解。溶合聚合物粒

子可釋放任何經封裝引發劑，諸如將過氧化二苯甲醯引發劑釋放入單體中，及/或經添加引發劑可混合入與活化劑或加速劑（若存在）相互作用的單體中，從而產生與單體反應的自由基且引發單體之室溫加成聚合。混合物以相對低黏度開始且發展成最終完全硬化之愈來愈堅固的系統。

【0029】 較佳地，本發明之組成物在冷硬化條件下之凝固時間小於 60 分鐘，更佳小於 40 分鐘，最佳小於 30 分鐘。

【0030】 除單官能性單體之外，液體組份單體組分可包含多官能性單體。該等多官能性單體每分子具有至少兩個可聚合雙鍵。適合雙官能性單體之實例包括：乙二醇二甲基丙烯酸酯、己二醇二甲基丙烯酸酯、三丙二醇二甲基丙烯酸酯、丁二醇二甲基丙烯酸酯、新戊二醇二甲基丙烯酸酯、二乙二醇二甲基丙烯酸酯、三乙二醇二甲基丙烯酸酯、二丙二醇二甲基丙烯酸酯、甲基丙烯酸烯丙酯、二乙烯基苯及其經取代類似物。官能性實例包括：三丙二醇三甲基丙烯酸酯、三羥甲基丙烷三甲基丙烯酸酯、季戊四醇三甲基丙烯酸酯。亦可使用四官能性單體，諸如季戊四醇四甲基丙烯酸酯，及六官能性單體，例如二季戊四醇六甲基丙烯酸酯。視情況，多官能性單體可包含一種以上多官能性化合物之混合物。

【0031】 如上文所提及，亦可存在其他單官能性單體。典型地，另一單官能性單體包含 0 與 20% w/w 之間的未硬化組成物中之總單體，更典型地 0 與 10% w/w 之間，最典型地 0 與 5% w/w 之間。然而，一般而言，該等其他單官能性單體不存在於組成物中。典型地，該等其他單體可為丙烯酸或乙烯單體，例如甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸異丁酯及甲基丙烯酸正丁酯。

【0032】 較佳地，液體組份包含單官能性單體與多官能性單體之混合物。液體組份中單官能性單體與多官能性單體（若存在）之比較佳在 99.9:0.1 wt%與 50:50 wt%之間，更佳在 97:3 wt%與 60:40 wt%之間且最佳在 95:5 wt%與 70:30 wt%之間。

【0033】 較佳地，聚合物粉末選自具有>100 個單體殘基單元之聚合物或共聚物。因此，本發明之聚合物粉末一般不為可定義為具有 5-50 個單體殘基單元之寡聚物。

【0034】 本發明之聚合物粉末一般為聚(烷基(alk))丙烯酸烷基酯或(烷基(alk))丙烯酸之均聚物，或聚(烷基(alk))丙烯酸烷基酯或(烷基(alk))丙烯酸與一或多種其他乙烯基單體之共聚物。典型地，聚合物粉末為甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸異丁酯或甲基丙烯酸正丁酯之均聚物，或甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸異丁酯或甲基丙烯酸正丁酯與一或多種其他乙烯基單體之共聚物。除非彼此排斥，否則藉由其他乙烯基單體意謂另一（亦即，不同）(烷基(alk))丙烯酸烷基酯或(烷基(alk))丙烯酸，諸如甲基丙烯酸乙酯、丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸正丁酯、丙烯酸異丁酯、丙烯酸第三丁酯、甲基丙烯酸正丁酯、甲基丙烯酸異丁酯、甲基丙烯酸第三丁酯、甲基丙烯酸 2-乙基己酯、丙烯酸 2-乙基己酯、甲基丙烯酸十二烷基酯、丙烯酸十二烷基酯、丙烯酸環己酯、甲基丙烯酸環己酯、丙烯酸異冰片酯、甲基丙烯酸異冰片酯、甲基丙烯酸、丙烯酸；羥基官能性丙烯酸酯，諸如甲基丙烯酸 2-羥基乙酯、甲基丙烯酸羥基丙基乙酯、丙烯酸 2-羥基乙酯或丙烯酸羥基丙酯；乙烯基化合物，諸如苯乙烯、乙烯基吡咯啉酮、乙烯基吡啶；及相容交聯單體，諸如甲基丙烯酸烯丙酯、二乙

烯基苯、乙二醇二甲基丙烯酸酯、乙二醇二丙烯酸酯、1,4-丁二醇二甲基丙烯酸酯、1,4-丁二醇二丙烯酸酯、1,6-己二醇二甲基丙烯酸酯及 1,6-己二醇二丙烯酸酯，尤其相容丙烯酸交聯單體。

【0035】 聚合物粉末亦可為以上均聚物或共聚物中之一或多者的混合物。

【0036】 尤佳聚合物粉末為甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸異丁酯或甲基丙烯酸正丁酯之均聚物及其共聚物，較佳為甲基丙烯酸甲酯與甲基丙烯酸乙酯，甲基丙烯酸異丁酯或甲基丙烯酸正丁酯及甲基丙烯酸乙酯與甲基丙烯酸正丁酯之共聚物。

【0037】 一般而言，聚合物粉末不衍生自非乙烯單體，諸如多元醇及用於產生胺基甲酸酯之異氰酸酯，且一般專門衍生自乙烯單體。

【0038】 典型地，聚合物粉末包含 60% w/w 與 99.9% w/w 之間的固體組份，更典型地 70% w/w 與 99.7% w/w 之間，最典型地 80% w/w 與 99.5% w/w 之間。固體組份之其餘部分典型地由如本文中詳述之其他添加劑組成。因此，引發劑包含 0.1% w/w 與 15% w/w 之間的固體組份，更典型地 0.3% w/w 與 10% w/w 之間，最典型地 0.5% w/w 與 6% w/w 之間。

【0039】 一般而言，丙烯酸單體組分包含約 100% w/w 未硬化組成物中之總單體，且包含至少 95% w/w 液體組份，更典型地至少 97% w/w 液體組份。另外，聚合物粉末可包含至少 90% w/w 固體組份，更典型地至少 95% w/w 固體組份。

【0040】 在較佳具體實例中，將瞭解，本文中之聚合物、單體及引發劑及其他添加劑之含量的下限及上限可在本發明之情形內以任何組合形式

組合。然而，在一尤佳具體實例中，組成物為雙組份組成物，丙烯酸單體包含至少 95% w/w 未硬化組成物中之總單體，單體包含至少 95%液體組份且聚合物粉末包含至少 95% w/w 固體組份，更典型地，具體實例含量均為至少 97% w/w。

【0041】 聚合物粉末可使用任何適合的已知聚合方法製備，諸如（但不限於）：本體、懸浮液、乳液、溶液聚合或其任何衍生聚合方法。

【0042】 聚合物粉末較佳藉由懸浮液聚合製備。丙烯酸單體之懸浮液聚合為熟知的且已描述於大量文獻綜述中，例如 Suspension Polymerisation; H. G. Yuan, G. Kalfas 及 W. H. Ray; JMS-REV. Macromol. Chem.Phys.; C31(2&3); 215-299; 1991。

【0043】 懸浮液聚合涉及聚合呈分散相之單體。連續相通常為水。適合的分散劑在此項技術中熟知且包括改質纖維素聚合物（例如，羥乙基、羥基丙基、羥基丙基甲基）；聚丙烯酸、聚甲基丙烯酸，此等酸之部分及完全中和形式；聚(乙烯醇)、聚(乙烯醇-共-乙酸乙烯酯)共聚物以及其他。呈連續相之單體分散液通常在聚合製程中高速攪拌以幫助保持分散液穩定，從而實現連續相與分散液滴或粒子之間的良好熱傳遞且控制珠粒粒度。

【0044】 隨著聚合進行，呈分散相之單體反應而形成殘留於分散相之呈球體珠形之聚合物。反應溫度可根據使用單體及引發劑類型而變化，且典型地在 20°C 與 150°C 之間，例如在 50°C 至 120°C 範圍內。所得聚合物珠粒之平均粒度典型地在 10 微米與 800 微米之間，例如在 15 微米至 600 微米範圍內。

【0045】 在任何情況下，本發明之聚合物粉末之較佳平均粒度範圍為

20 微米至 200 微米，較佳 30 微米至 150 微米，更佳 35 微米至 80 微米。平均粒度可使用 Coulter LS230 雷射繞射儀器測定。

【0046】 本發明之聚合物粉末之重量平均分子量（Mw）典型地在 25,000 道爾頓與 3,000,000 道爾頓之間，更典型地在 100,000 道爾頓與 1,500,000 道爾頓之間，較佳在 150,000 道爾頓與 1,000,000 道爾頓之間，例如在 200,000 道爾頓與 600,000 道爾頓之間。出於此目的，分子量可藉由凝膠滲透層析法（GPC）測定。

【0047】 分子量可藉由熟習此項技術者已知之技術控制，例如藉由改變反應溫度或藉由改變引發劑濃度或藉由使用鏈轉移劑。

【0048】 用於控制分子量之鏈轉移劑之實例包括：硫醇化合物、鈷化合物、 α 甲基苯乙烯二聚體及脂族醇。硫醇化合物包括單官能性及多官能性硫醇。單官能性硫醇包括（但不限於）丙硫醇、丁硫醇、己硫醇、辛硫醇、十二烷基硫醇、巯基乙酸、巯基丙酸、巯基乙酸烷基酯（例如：巯基乙酸 2-乙基己酯或巯基乙酸辛酯）、巯基乙醇、硫代乳酸及硫代丁酸。多官能性硫醇包括二官能性硫醇、三官能性硫醇、四官能性硫醇及較高官能性硫醇。

【0049】 適合引發劑之實例包括：偶氮化合物、過氧化物、過氧化酯及過氧硫酸鹽，尤其偶氮二(異丁腈)、偶氮二(2-甲基丁腈)、偶氮二(2,4-二甲基戊腈)、偶氮二(4-氰基戊酸)、過氧化物二月桂醯、過氧基新癸酸第三丁酯、過氧化二苯甲醯、過氧化異丙苯、己酸第三丁基過氧基-2-乙酯、過氧基二乙基乙酸第三丁酯、過氧苯甲酸第三丁酯、第三丁基氫過氧化物、過硫酸鉀、過硫酸銨及過硫酸鈉。較佳引發劑為過氧化二苯甲醯。聚合通常以使

得需要過量引發劑來完成聚合之方式進行。聚合結束時，殘餘引發劑封裝於聚合物粒子內，且可在金相學製程期間當與液體組份混合時用於後續反應。當固體及液體組份混合在一起時，聚合物粒子經單體潤濕、溶合且開始溶解。溶合聚合物粒子將諸如過氧化二苯甲醯引發劑之引發劑釋放入與活化劑或加速劑（若存在）相互作用之單體中，從而產生與單體反應之自由基且引發單體之室溫加成聚合。混合物以相對低黏度開始且發展成最終完全硬化之愈來愈堅固的系統。

【0050】 典型地，殘餘及/或添加引發劑之量可在 0.1% w/w 與 10% w/w 固體組份之間。

【0051】 固體與液體組份之比典型地在 1:2 至 4:1 重量，更典型地 1:1 至 3:1 重量，最典型 1:0.8 至 2.5:1 重量範圍內。

【0052】 固體及液體組份混合在一起且因此引發聚合之溫度可為適用於冷硬化調配物之彼等溫度，且典型地為環境溫度，例如 10°C 至 35°C，更典型地 15°C 至 30°C，最典型地 18°C 至 25°C。

【0053】 混合之前，組分通常在混合溫度下平衡適合的時間段，典型地 1 小時或 1 小時以上。

【0054】 可操作以形成在將組份混合在一起後聚合成固體塊狀物之混合物的本發明多組份組成物一般稱為可硬化組成物。

【0055】 混合本發明之可硬化組成物之組份的一般程序描述如下：混合之前，使兩種組分在 5°C-40°C，更典型地 10°C-35°C，最典型 15°C-30°C 之溫度下平衡適合的時間段，典型地 1 小時或 1 小時以上。隨後在平衡溫度下進行混合至少 5 秒，更典型地至少 20 秒，最典型地至少 30 秒。當良好混

合混合物時，將低黏度材料傾入含在一般在平衡溫度以上範圍內之適當溫度下經預處理之樣本之模具中的適當位置中，且允許其發熱及硬化。

【0056】 可在平衡溫度下進行兩種組分之混合及後續反應。熟習此項技術者將瞭解溫度對凝固時間之影響。較高平衡及混合溫度產生較短凝固時間，且對於較低平衡及混合溫度反之亦然。

【0057】 將兩種組份聚合在一起之較佳壓力可為適用於冷硬化調配物之彼等壓力，諸如大氣壓，亦即在硬化時開放至大氣氛圍。然而，有可能在輕度壓力下進行硬化。本發明之聚合物與單體組份反應之典型壓力為 0.87 巴至 12.0 巴，更佳 0.87 巴至 7 巴，最佳 0.87 巴至 3 巴。

【0058】 自丙烯酸組成物固體組份與液體組份之混合製備底座可以熟習此項技術者將瞭解之各種方式進行，例如人工混合。

【0059】 本發明之液體組份典型地包含如上文所定義之一或多種單體，視情況具有適合抑制劑，諸如氫醌（HQ）、甲基氫醌（MeHQ）、2,6-二第三丁基-4-甲氧基苯酚（Topanol O）及 2,4-二甲基-6-第三丁基酚（Topanol A）。存在抑制劑以防止單體自發聚合。

【0060】 聚合活化劑或加速劑亦可存在於液體組份中，諸如三級胺，例如 N,N-二甲基-對甲苯胺（DMPT）及 N,N-二羥基乙基-對甲苯胺（DHEPT）或有機可溶性過渡金屬催化劑。

【0061】 其他類型聚合活化劑或加速劑為與過渡金屬鹽組合的巴比妥酸（barbituric acid）化合物，如例如 GB1,110,673 中所描述。該等活化劑或加速劑可不完全含於液體組份中，但可在固體組份中具有儲存穩定第一組分，該第一組分在混合組分與液體組份中之第二活化劑或加速劑組分後

變得活性。舉例而言，典型地，0.1 wt%至 2.0 wt%巴比妥酸化合物（諸如 1-苯甲基 5-苯基巴比妥酸）可存在於固體組份中，且 0.005 wt%至 0.05 wt%銅化合物（諸如乙醯丙酮銅（copper acetyl acetonate））溶解於液體組份中。因此，在本發明之一組具體實例中，活化劑或加速劑之第一組分與引發劑一起存在於儲存穩定固體組份中，且較佳地，第二互補活化劑或加速劑組分存在於，更佳溶解於中液體組份中。本文中藉由互補意謂當與其互補組分混合時形成所需活化劑或加速劑之組分。

【0062】 三級胺聚合活化劑或加速劑可以 0.1 質量%至 5 質量%，更典型地 0.5 質量%至 3 質量%之範圍存在於液體組份中。

【0063】 用於多組份組成物之適合引發劑可選自在諸如上文提供之溫度及壓力之冷硬化條件下有效聚合組成物之彼等引發劑。典型的引發劑，無論聚合物粉末聚合之殘餘物、經添加至固體聚合物組分或固體組份之殘餘物及添加至固體組份，均可選自上文針對固體聚合物組分單體提供之彼等引發劑。較佳引發劑選自上文提供之過氧化物。若存在殘餘引發劑將存在於固體組份中。若利用經添加引發劑，則此亦較佳存在於固體組份中。

【0064】 雖然引發劑之混合物為可能的，但較佳使用單一引發劑。在任何情況下，生產底座製程典型地為單一硬化製程。

【0065】 在較佳具體實例中，有效使組成物聚合之量的引發劑存在於固體組份中，且有效活化引發劑之量的活化劑或加速劑存在於液體組份中。

【0066】 如本文中詳述，引發劑組分以有效使單體組分完全聚合之量存在，例如至少聚合 85% w/w 單體組分，更典型地至少 90% w/w，最典型

地 95%-98% w/w 單體組分。另外，引發劑組分可超過將單體組分有效完全聚合之量存在。

【0067】 封裝殘餘引發劑或經添加引發劑（例如過氧化二苯甲醯）之量變化具有改變多組分丙烯酸系統之凝固時間的作用。增加的引發劑含量導致凝固時間縮短。另外，液體組份中活化劑或加速劑（例如，DMPT）之量變化亦可影響凝固時間。增加的活化劑或加速劑濃度導致凝固時間縮短。

【0068】 典型使用的固體組份包含丙烯酸聚合物之小球體珠粒（直徑平均粒度通常約 20 微米至 150 微米）及通常封裝於丙烯酸聚合物珠粒內之少量聚合引發劑，諸如過氧化二苯甲醯（BPO），但該聚合引發劑亦可作為獨立組分添加。液體組份包含單體，典型地甲基丙烯酸酯單體，且亦可含有聚合活化劑或加速劑，諸如 N,N-二甲基-對甲苯胺（三級胺）（DMPT），且較佳抑制劑，諸如氫醌（HQ）以防止單體自發聚合。

定義

【0069】 當本發明之固體及液體組份混合在一起時，固體組份中之丙烯酸聚合物粒子經來自液體組份之單體潤濕、溶合且開始溶解。溶合聚合物粒子可隨後釋放引發劑。經釋放及/或添加引發劑隨後與視情況與來自液體組份之活化劑或加速劑相互作用的單體接觸，產生與單體反應的自由基且引發單體之室溫加成聚合。混合物以相對低黏度流體形式開始，且發展成最終完全硬化成其最終凝固組成物之愈來愈堅固的系統。

【0070】 流體之此不斷變化黏度的特徵在於如藉由 BS ISO 5833:2002 所定義之凝固時間及達到的最大放熱溫度。凝固時間被認為達至在環境與最大值之間的溫度所消耗之時間。凝固時間及最大放熱溫度為決定如何使

用可硬化組成物之參數。自室溫可硬化的組成物（所謂的「自我硬化（self-curing）」或「冷硬化（cold-curing）」系統或自聚合系統）之凝固時間時長典型地為 5 至 30 分鐘。

【0071】 因此，本文中藉由「自我硬化」或「冷硬化」或其類似者意謂在環境溫度下藉由將多組份組成物之兩種或兩種以上組份混合在一起基本上觸發的硬化/聚合。在此情形下，該術語區分本發明與需要觸發硬化/聚合之額外手段（諸如 UV 處理或熱處理）之組成物。

【0072】 在本發明中，獨立組分為儲存穩定的且藉由混合活化。藉由「儲存穩定（storage stable）」意謂在溫度及時間之正常可接受儲存條件，亦即在 5°C 與 30°C 之間及 1 天至 250 天，更典型地 15°C 至 25°C 及 1 天至 170 天下，單體或液體不聚合。

【0073】 本文中之術語「液體（liquid）」無需定義，因為其為熟習此項技術者充分理解。典型地，術語液體適用於至少 5°C 與 35°C 之間，更典型地 5°C 與 30°C 之間的材料或組成物。

【0074】 術語「固體組份（solid part）」意謂非液體或非氣態組份，且一般為通常由一個或粉末混合物組成且不包括液體載劑的自由流動乾燥粒狀材料。

【0075】 本文中藉由「烷基」意謂 C_1-C_{18} 烷基，其中術語烷基及「烷基（alk）」包涵環烷基及羥基官能 C_1-C_{18} 烷基。本文中藉「由烷基(alk)」意謂 C_0-C_8 烷基。

【0076】 本文中藉由「共聚物（copolymer）」包括三元共聚物、四元共聚物、五元共聚物及類似者，且該術語不應視為受限於僅衍生自兩種類

型單體之聚合物。

【0077】 如所指示，組成物可包括兩個以上組份，例如引發劑組分，及/或單體中之任一者可儲存於獨立第三組份中，但為方便起見本文中本發明之態樣或較佳特徵中之任一者的多組份丙烯酸組成物典型地僅為雙組份組成物，亦即不存在第三或其他組份。

【0078】 根據本發明之另一態樣，提供一種生產金相學底座之方法，其包含以下步驟：-

將根據本發明態樣中之任一者的固體組份及液體組份混合在一起以形成液體或半固體糊狀物；

將該液體或半固體糊狀物傾入待分析之含金相學樣本之模具中以至少部分封裝該樣本；

允許該液體或半固體糊狀物在該樣本周圍硬化；及

視情況，將該安裝金相學樣本自該模具釋放以用於分析或進一步製備。

【0079】 本發明在另一態樣中，擴展至一種由混合根據本文中態樣中之任一者的多組份丙烯酸組成物產生的固體金相學底座。

【0080】 較佳地，藉由混合本發明之任何態樣之該等組份產生的固體之肖氏 D 硬度（Shore D hardness）大於 70，更佳大於 72。在任何情況下，根據 ASTM D2240，使用硬度計發現於產生固體中之肖氏 D 硬度的典型範圍為 70-94，更佳 75-94。

實施例

特性化技術：

【0081】 丙烯酸聚合物珠粒之殘餘過氧化二苯甲醯含量 wt%藉由滴定法測定。

【0082】 使用 Coulter LS230 雷射繞射儀器測定丙烯酸聚合物珠粒之平均粒度。

【0083】 藉由使用四氫呋喃溶劑之凝膠滲透層析法 (GPC) 測定分子量，且使用聚(甲基丙烯酸甲酯)標準校準折射率偵測器。

【0084】 傾倒結束時間為自將固體及液體組分混合在一起開始直至混合物太黏而無法自混合容器傾倒出之時間長度。

【0085】 根據 ASTM D2240，使用硬度計量測肖氏 D 硬度。

製備方法：

【0086】 方法之一般描述用於製備丙烯酸冷安裝系統。

【0087】 使用之前，在 23°C 下在保溫箱中調節丙烯酸聚合物固體及單體液體組分加相關設備，諸如燒杯、量筒、刮勺等。

【0088】 將 10 g 丙烯酸聚合物固體稱量入 30 ml 容量塑膠燒杯中，且將所需量之單體液體稱量入 10 ml 容量玻璃量筒中。隨後，將單體液體傾入含丙烯酸聚合物固體之燒杯中，且使用刮勺混合 30 秒。混合速率相對緩慢以使氣泡夾雜最小化。混合 30 秒之後，將大致一半混合物傾入 25 mm 直徑塑膠安裝杯中且使其在 23°C 下硬化。在 23°C 下使混合物之其餘部分保持於塑膠混合燒杯以測定傾倒時間及凝固時間。混合物之黏度隨時間穩定增加，出現放熱且混合物轉換成硬性玻璃態鑄件。

【0089】 經歷放熱之後，使塑膠安裝杯中之鑄件冷卻隔夜，隨後測試肖氏 D 硬度且與對照相比直觀評估清晰度、顏色及捕獲氣泡之相對量。

實施例 1 至 4 及比較實施例 A 及 B

【0090】 用於實施例 1 至 4 及比較實施例 A 及 B 之丙烯酸聚合物固體為藉由使用過氧化二苯甲醯（BPO）作為引發劑之懸浮液聚合製造的甲基丙烯酸乙酯（EMA）與甲基丙烯酸甲酯（MMA）之共聚物。共聚物組成為 80 wt% EMA 及 20 wt% MMA。聚(EMA-共-MMA)珠粒聚合物粒子之平均粒度為 55 微米且殘餘 BPO 量為 2.2 wt%。重量平均分子量（Mw）為 274,000 道爾頓。

【0091】 用於實施例 1 至 4 之丙烯酸單體液體為具有以下組成之混合物：88.75 wt% 甲基丙烯酸異冰片酯（iBoMA）、10 wt% 三乙二醇二甲基丙烯酸酯（TEGDMA）及 1.25 wt% N,N-二羥基乙基-對甲苯胺（DHEPT）。

【0092】 實施例 1 至 4 在用於與 10 g 聚(EMA-共-MMA)珠粒聚合物混合之丙烯酸單體液體的量方面不同。

【0093】 比較實施例 A 及 B 為使用金相學市場中已知之典型丙烯酸系統製造的對照底座。

【0094】 具體言之，比較實施例 A 藉由以 6 g 丙烯酸單體液體與 10 g 聚(EMA-共-MMA)珠粒聚合物之比混合具有以下組成之丙烯酸單體液體與聚(EMA-共-MMA)珠粒聚合物產生：76.25 wt% 甲基丙烯酸正丁酯、12.50 wt% 甲基丙烯酸乙酯、10 wt% 三乙二醇二甲基丙烯酸酯及 1.25 wt% N,N-二羥基乙基-對甲苯胺（DHEPT）。

【0095】 比較實施例 B 藉由以 6 g 丙烯酸單體液體與 10 g 聚(EMA-

共-MMA)珠粒聚合物之比混合具有以下組成之丙烯酸單體液體與聚(EMA-共-MMA)珠粒聚合物產生：71.25 wt%甲基丙烯酸正丁酯、12.50 wt%甲基丙烯酸乙酯、15 wt%三乙二醇二甲基丙烯酸酯及 1.25 wt% N,N-二羥基乙基-對甲苯胺 (DHEPT)。

	實施例 1	實施例 2	實施例 3	實施例 4	比較實施例 A	比較實施例 B
混合比固體 (g) : 液體 (g)	10g/7g	10g/6.2g	10g/6g	10g/5g	10g/6g	10g/6g
傾倒結束時間，分鐘	8	6	6	3.5	3	3
凝固時間，分鐘	22	16.5	16	11.5	11.5	10
捕獲氣泡量	+	+	+	0	0	0
肖氏 D 硬度	72	75	80	82	75	76

相對於對照底座（比較實施例 A 及 B）在捕獲氣泡量方面之外觀	
++	比較實施例 A 及 B 內顯著減少
+	比較實施例 A 及 B 內明顯減少
0	如比較實施例 A 及 B
-	比較實施例 A 及 B 內明顯增加
--	比較實施例 A 及 B 內顯著增加

【0096】 實施例 3 與比較實施例 A 及 B 之比較展示捕獲氣泡明顯減少且肖氏 D 硬度較高之丙烯酸底座可使用基於 iBoMA 之單體液體製備。

實施例 5 至 8

【0097】 以下實施例展示 DHEPT 加速劑之量增加對凝固時間及其他特性之影響。

【0098】 用於實施例 5 至 8 之丙烯酸聚合物固體與實施例 1 至 4 相同。

【0099】 用於實施例 5 至 8 之丙烯酸單體液體在 N,N-二羥基乙基-對甲苯胺 (DHEPT) 加速劑之量方面不同，為 1.25 wt%至 2.50 wt%。組成列舉於下表中。7 g 各丙烯酸單體液體用於與 10 g 聚(EMA-共-MMA)珠粒聚合物

混合。

【0100】 正如所預期，結果展示凝固時間隨 DHEPT 加速劑量之增加而縮短。然而，注意到額外益處，在於肖氏 D 硬度亦隨 DHEPT 量之增加而增加。

單體液體組成物		實施例 5	實施例 6	實施例 7	實施例 8
	iBoMA (wt%)	88.75	88.25	88.00	87.50
	TEGDMA (wt%)	10.00	10.00	10.00	10.00
	DHEPT (wt%)	1.25	1.75	2.00	2.50
混合比固體(g): 液體 (g)		10g/7g	10g/7g	10g/7g	10g/7g
傾倒結束時間，分鐘		8	8	6	7
凝固時間，分鐘		22	16	15	12
捕獲氣泡量		+	+	+	+
肖氏 D 硬度		72	75	75	86

實施例 9 至 11

【0101】 以下實施例展示丙烯酸單體液體中 TPGDMA 交聯劑之量增加之影響

【0102】 用於實施例 9 至 11 之丙烯酸聚合物固體與實施例 1 至 4 相同。

【0103】 用於實施例 9 至 11 之丙烯酸單體液體在三乙二醇二甲基丙烯酸酯（TEGDMA）交聯劑之量方面不同，為 10 wt%至 20 wt%。組成列舉於下表中。7 g 各丙烯酸單體液體用於與 10 g 聚(EMA-共-MMA)珠粒聚合物混合。

【0104】 結果展示 TEGDMA 交聯劑之量增加至 15 wt%及 20 wt%導致凝固時間縮短且硬度增加。與比較實施例 B 相比，具有 15 wt% TEGDMA 交聯劑之實施例 10 亦展示鑄體中捕獲氣泡之數目顯著減少。

		實施例 9	實施例 10	實施例 11
單體液體組成物	iBoMA (wt%)	88.75	83.75	78.75
	TEGDMA (wt%)	10.00	15.00	20.00
	DHEPT (wt%)	1.25	1.25	1.25
	混合比固體 (g) : 液體 (g)	10g/7g	10g/7g	10g/7g
	傾倒結束時間，分 鐘	8	7	7
	凝固時間，分鐘	22	13	13
	捕獲氣泡量	+	++	+
	肖氏 D 硬度	72	82	82

實施例 12 至 14

【0105】 以下實施例展示改變含環基之單官能性單體之影響。

【0106】 用於實施例 12 至 14 之丙烯酸聚合物固體與實施例 1 至 4 相同。

【0107】 實施例 12 至 14 之丙烯酸單體液體分別使用 iBoMA、甲基丙烯酸環己酯（CHMA）及甲基丙烯酸四氫呋喃酯（THFMA）作為含環基之單官能性單體以及三乙二醇二甲基丙烯酸酯（TEGDMA）交聯劑。組成列舉於下表中。7 g 各丙烯酸單體液體用於與 10 g 聚(EMA-共-MMA)珠粒聚合物混合。

【0108】 結果展示使用 CHMA 或 THFMA 作為含環基之單官能性單體使肖氏 D 硬度進一步增強。

		實施例 12	實施例 13	實施例 14
單體液體組成物	iBoMA (wt%)	88.75	-	-
	CHMA (wt%)	-	88.75	-
	THFMA (wt%)	-	-	88.75
	TEGDMA (wt%)	10.00	10.00	10.00
	DHEPT (wt%)	1.25	1.25	1.25
	混合比固體 (g) : 液體 (g)	10g/7g	10g/7g	10g/7g
	傾倒結束時間，分 鐘	8	22	6
	凝固時間，分鐘	22	27	25
	捕獲氣泡量	+	+	+
	肖氏 D 硬度	72	85	83

實施例 15 至 17

【0109】 以下實施例展示改變用於交聯之多官能性單體的影響。

【0110】 用於實施例 15 至 17 之丙烯酸聚合物固體與實施例 1 至 4 相同。

【0111】 實施例 15 至 17 之丙烯酸單體液體含有 iBoMA 作為含環基之單官能性單體以及三乙二醇二甲基丙烯酸酯 (TEGDMA)、三羥甲基丙烷三甲基丙烯酸酯 (TMPTMA) 乙二醇二甲基丙烯酸酯 (EGDMA) 作為用作交聯劑之多官能性單體。組成列舉於下表中。7 g 各丙烯酸單體液體用於與 10 g 聚(EMA-共-MMA)珠粒聚合物混合。

【0112】 結果展示使用此等多官能性交聯單體中之任一者提供快速凝固系統 (凝固時間< 22 分鐘)，形成捕獲氣泡含量與比較實施例 A 相比低的硬性底座 (肖氏 D 硬度> 72)。

		實施例 15	實施例 16	實施例 17
單體液體組成物	iBoMA (wt%)	88.75	88.75	88.75
	TMPTMA (wt%)	-	10.00	-
	EGDMA (wt%)	-	-	10.00
	TEGDMA (wt%)	10.00	-	-
	DHEPT (wt%)	1.25	1.25	1.25
	混合比固體 (g) : 液體 (g)	10g/7g	10g/7g	10g/7g
	傾倒結束時間，分鐘	8	9	8
	凝固時間，分鐘	22	17	15
	捕獲氣泡量	+	+	+
	肖氏 D 硬度	72	75	74

實施例 18 至 20

【0113】 以下實施例擴展實施例 9 至 11 中展示之一系列實驗以展示丙烯酸單體液體中 TPGDMA 交聯劑之量進一步增加的影響。

【0114】 用於實施例 9 至 11 及 18 至 20 之丙烯酸聚合物固體與實施例 1 至 4 相同。

【0115】 用於實施例 9 至 11 及 18 至 20 之丙烯酸單體液體在三乙二醇二甲基丙烯酸酯 (TEGDMA) 交聯劑之量方面不同，為 10 wt%至 40 wt%。組成列舉於下表中。7 g 各丙烯酸單體液體用於與 10 g 聚(EMA-共-MMA)珠粒聚合物混合。

【0116】 結果展示 TEGDMA 交聯劑之量增加至 15 wt%及 20 wt%導致凝固時間縮短且硬度增加。與比較實施例 B 相比，具有 15 wt% TEGDMA 交聯劑之實施例 10 亦展示鑄體中捕獲氣泡之數目顯著減少。然而，TEGDMA 交聯劑之量自 25 wt%至 40 wt%之進一步增加未導致凝固時間進一步縮短且肖氏 D 硬度減小。此等結果展示藉由具有 15% wt TEGDMA 交聯劑之實施例

10 達成最優特性平衡（最少捕獲氣泡、最低凝固時間及最高肖氏 D 硬度）。

單體液體組成物		實施例 9	實施例 10	實施例 11	實施例 18	實施例 19	實施例 20
	iBoMA (wt%)	88.75	83.75	78.75	73.75	63.75	58.75
	TEGDMA (wt%)	10.00	15.00	20.00	25.00	35.00	40.00
	DHEPT (wt%)	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25
	混合比固體 (g) : 液體 (g)	10g/7g	10g/7g	10g/7g	10g/7g	10g/7g	10g/7g
	傾倒結束時間,分鐘	8	7	7	7	7	7.5
	凝固時間,分鐘	22	13	13	14	13	13
	捕獲氣泡量	+	++	+	+	+	+
	肖氏 D 硬度	72	82	82	75	75	75

實施例 21

【0117】 此實施例表明成功製備用於藉由顯微鏡檢查之冷安裝試樣。

【0118】 將以下試樣置放於獨立安裝杯（25 mm 直徑及 20 mm 深度）中，且將根據實施例 3 製備之雙組份冷硬化組成物傾入模型杯子中以封裝各試樣。使液體在試樣周圍硬化，隨後自模具釋放安裝金相學樣本以用於進一步製備。

- 1. 具有 13 mm 六角頭及 8 mm 直徑機械軸之 20 mm 長不鏽鋼螺栓
- 2. 旋擰至 12 mm 長不鏽鋼螺栓上之不鏽鋼螺帽
- 3. 大致 20 mm 長及 4 mm 深之脈狀沙岩削片
- 4. 15 mm 方形印刷電路板

【0119】 所有樣本良好浸濕且具有良好黏著性。所有樣本之肖氏 D 硬度為 80，與不具有封裝試樣之實施例 3 相同。

【0120】 選擇含 2 號試樣之底座用於使用 Carlo de Giorgi 拋光/研磨車床之進一步製備操作。首先使用磨輪將試樣表面研磨至光滑漆面，且隨後拋光至最終漆面，從而準備用於使用具有拋光化合物之平佈拋光輥的顯微鏡檢查。

實施例 22

【0121】 此實施例表明巴比妥酸化合物與過渡金屬鹽組合作為聚合活化劑或加速劑之用途。

【0122】 藉由混合實施例 1 至 4 之 99.5 wt%聚(EMA-共-MMA)共聚物與 0.5 wt% 1-苯甲基 5-苯基巴比妥酸製備丙烯酸聚合物固體。藉由混合 79.99 wt%甲基丙烯酸異冰片酯（iBoMA）、20 wt%三乙二醇二甲基丙烯酸酯（TEGDMA）及 0.01 wt%乙醯丙酮銅（CuAcAc）製備丙烯酸單體液體。根據製備方法，7 g 丙烯酸單體液體用於與 10 g 丙烯酸聚合物固體混合以製備用於評估外觀及肖氏 D 硬度以及測定傾倒結束時間及凝固時間的丙烯酸鑄體。

【0123】 結果列表於下方。實施例 22 與比較實施例 A 及 B 之比較展示黃色顯著減弱、捕獲氣泡明顯減少且肖氏 D 硬度較高之丙烯酸底座可使用含基於巴比妥酸化合物與過渡金屬鹽組合的聚合活化劑或加速劑之單體液體來製備。

	實施例 22
混合比固體（g）:液體（g）	10g/7g
傾倒結束時間，分鐘	5
凝固時間，分鐘	12
捕獲氣泡量	+
黃色	++
肖氏 D 硬度	82

相對於對照底座（比較實施例 A 及 B）在捕獲氣泡量及黃色方面的外觀	
++	比較實施例 A 及 B 內顯著減少
+	比較實施例 A 及 B 內明顯減少
0	如比較實施例 A 及 B
-	比較實施例 A 及 B 內明顯增加
--	比較實施例 A 及 B 內顯著增加

【0124】 讀者之關注關於與結合本申請案之本說明書同時或在此之前申請的且開放至公開檢驗本說明書之所有論文及文獻，且所有該等論文及文獻之內容以引用的方式併入本文中。

【0125】 本說明書中所揭示之所有特徵（包括任何隨附申請專利範圍、摘要及圖式）及/或如此揭示之任何方法或製程之所有步驟可以任何組合形式組合，該等特徵及/或步驟中之至少一些相互排斥之組合除外。

【0126】 除非另外明確說明，否則本說明書（包括任何隨附申請專利範圍、摘要及圖式）中所揭示之各特徵可經達成相同、等效或類似目的之替代特徵置換。因此，除非另外明確說明，否則所揭示之各特徵僅為一通用系列等效或類似特徵之一個實施例。

【0127】 本發明不受限於前述具體實例之細節。本發明擴展至本說明書（包括任何隨附申請專利範圍、摘要及圖式）中所揭示之特徵之任何新穎特徵或任何新穎組合，或擴展至如此揭示之任何方法或製程之步驟的任何新穎步驟或任何新穎組合。

申請專利範圍

1. 一種用於金相學模具以產生金相學底座之多組份，較佳雙組份丙烯酸冷硬化組成物，其包含儲存穩定固體組份及儲存穩定液體組份，可操作該等組份以形成在將該等組份混合在一起後聚合成固體塊狀物之混合物，該固體組份包含聚合物粉末及引發劑，且該液體組份包含丙烯酸單體及視情況活化劑或加速劑，該引發劑組分以使該丙烯酸單體組分在與該液體組份混合後能有效聚合之量存在，其特徵在於該丙烯酸單體組分包含含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體，其中該含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體包含 70% w/w 與 96% w/w 之間的未硬化組成物中之總單體。
2. 一種用於金相學模具以產生金相學底座之多組份，較佳雙組份丙烯酸冷硬化組成物，其包含儲存穩定固體組份及儲存穩定液體組份，可操作該等組份以形成在將該等組份混合在一起後聚合成固體塊狀物之混合物，該固體組份包含聚合物粉末及引發劑，且該液體組份包含丙烯酸單體及視情況活化劑或加速劑，該引發劑組分以使該丙烯酸單體組分在與該液體組份混合後能有效聚合之量存在，其特徵在於該丙烯酸單體組分包含含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體，其中該液體組份包含單官能性單體與多官能性單體之混合物，且其中該多官能性單體包含 12% w/w 與 22% w/w 之間的未硬化組成物中之總單體。
3. 一種由混合多組份丙烯酸組成物產生的固體金相學底座，該多組份丙烯酸組成物包含儲存穩定固體組份及儲存穩定液體組份，可操作該等組份以形成在將該等組份混合在一起後聚合成固體塊狀物之混合物，

該固體組份包含聚合物粉末及引發劑，且該液體組份包含丙烯酸單體及視情況活化劑或加速劑，該引發劑組分以使該丙烯酸單體組分在與該液體組份混合後能有效聚合之量存在，其特徵在於該丙烯酸單體組分包含含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體。

4. 一種用於金相學模具以產生金相學底座之多組份，較佳雙組份冷硬化包裝，其包含第一容器及第二容器，該第一容器及該第二容器之內含物分別根據申請專利範圍第 1 項至第 3 項中任一項之固體及液體組份。
5. 一種固體金相學底座，其包含至少部分由含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體形成的丙烯酸聚合物。
6. 如申請專利範圍第 5 項之底座，其包含另一聚合物，其中形成該丙烯酸聚合物之至少一種單體，典型地該含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體不存在於形成該另一聚合物之單體中。
7. 如申請專利範圍中任一項之冷硬化組成物或如申請專利範圍中任一項之包裝，其用作冷安裝金相學模型組成物以產生金相學底座。
8. 如申請專利範圍第 1 項至第 7 項中任一項之組成物、包裝或底座，其中適合的含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體為甲基丙烯酸酯單體。
9. 如申請專利範圍第 1 項至第 8 項中任一項之組成物、包裝或底座，其中該含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體選自一或多種甲基丙烯酸環狀脂族酯單體及/或甲基丙烯酸芳基酯單體。
10. 如申請專利範圍第 9 項之組成物、包裝或底座，其中該等甲基丙烯酸環狀脂族酯單體選自以下中之一或多者：甲基丙烯酸環己酯、甲基丙烯酸異冰片酯、甲基丙烯酸二環戊烯酯、甲基丙烯酸二氫二環戊二烯

酯、甲基丙烯酸金剛烷基酯、甲基丙烯酸 4-第三丁基環己酯、甲基丙烯酸 3,3,5-三甲環己酯及甲基丙烯酸四氫呋喃酯。

11. 如申請專利範圍第 9 項之組成物、包裝或底座，其中該等甲基丙烯酸環狀脂族酯單體選自以下中之一或多者：甲基丙烯酸環己酯、甲基丙烯酸異冰片酯、甲基丙烯酸二環戊烯酯、甲基丙烯酸二氫二環戊二烯酯、甲基丙烯酸金剛烷基酯、甲基丙烯酸 4-第三丁基環己酯及甲基丙烯酸 3,3,5-三甲環己酯。
12. 如申請專利範圍第 9 項之組成物、包裝或底座，其中該等甲基丙烯酸芳基酯單體選自甲基丙烯酸苯甲酯、甲基丙烯酸 2-苯氧基乙酯及甲基丙烯酸苯酯中之一或多者。
13. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中用於該液體組份之該單官能性單體或該丙烯酸聚合物之單官能性單體殘基可包含一種以上單官能性丙烯酸單體或其殘基之混合物。
14. 如申請專利範圍第 3 項至第 13 項之組成物、包裝或底座，其中該含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體或其殘基包含 10% w/w 與 100% w/w 之間的該未硬化組成物中之該等總單體或該丙烯酸聚合物中之單體殘基。
15. 如申請專利範圍第 14 項之組成物、包裝或底座，其中該含環狀酯側基之單官能性單體或其殘基可包含 70% w/w 與 98% w/w 之間的該未硬化組成物液體組份中之該等總單體或該丙烯酸聚合物中之單體殘基，典型地 70% w/w 與 96% w/w 之間，更典型地 75% w/w 與 96% w/w 之間或 80% w/w 與 96% w/w 之間，最典型地 75% w/w 與 90% w/w 之間或 78%

w/w 與 88% w/w 之間。

16. 如申請專利範圍第 1 項至第 15 項之組成物、包裝或底座，其中單體之其餘部分由多官能性及視情況如本文中闡明之其他單官能性單體組成。
17. 如申請專利範圍第 3 項至第 14 項或第 16 項之組成物、包裝或底座，其中本文中描述之該等多官能性單體或其殘基可包含 0 與 90% w/w 之間的該未硬化組成物中之該總單體或該丙烯酸聚合物中之單體殘基。
18. 如申請專利範圍第 15 項至第 17 項之組成物、包裝或底座，其中該等多官能性單體或其殘基包含 2% w/w 與 30% w/w 之間的該未硬化組成物中之該等總單體或形成該丙烯酸聚合物之單體殘基，典型地 4% w/w 與 30% w/w 之間，更典型地 4% w/w 與 25% w/w 之間或 4% w/w 與 20% w/w 之間，最典型地 10% w/w 與 25% w/w 之間或 12% w/w 與 22% w/w 之間。
19. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中該丙烯酸單體組分包含 80% w/w 與 100% w/w 之間的該液體組份，或其中丙烯酸單體形成 80% w/w 與 100% w/w 之間的該丙烯酸聚合物。
20. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中該活化劑或加速劑包含 0 與 10% w/w 之間的該液體。
21. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中除單官能性單體或其殘基之外該液體組份單體組分或丙烯酸聚合物包含多官能性單體或其殘基，且該多官能性單體每分子具有至少兩個可聚合雙鍵。
22. 如申請專利範圍第 21 項之組成物、包裝或底座，其中適合的雙官能性單體包括：乙二醇二甲基丙烯酸酯、己二醇二甲基丙烯酸酯、三丙二

醇二甲基丙烯酸酯、丁二醇二甲基丙烯酸酯、新戊二醇二甲基丙烯酸酯、二乙二醇二甲基丙烯酸酯、三乙二醇二甲基丙烯酸酯、二丙二醇二甲基丙烯酸酯、甲基丙烯酸烯丙酯、二乙烯基苯及其經取代類似物；三官能性實例包括：三丙二醇三甲基丙烯酸酯、三羥甲基丙烷三甲基丙烯酸酯、季戊四醇三甲基丙烯酸酯；四官能性單體包括季戊四醇四甲基丙烯酸酯；且六官能性單體包括二季戊四醇六甲基丙烯酸酯。

23. 如申請專利範圍第 21 項或第 22 項之組成物、包裝或底座，其中使用一種以上多官能性單體之混合物。
24. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中該液體組份或丙烯酸聚合物包含單官能性單體與多官能性單體或其殘基之混合物。
25. 如申請專利範圍第 1 項或第 3 項至第 24 項之化合物、包裝或底座，其中該液體組份或丙烯酸聚合物中單官能性單體或其殘基與多官能性單體或其殘基之比在 95:5 wt%與 70:30 wt%之間。
26. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中該聚合物粉末或另一聚合物選自具有> 100 個單體殘基單元之聚合物或共聚物。
27. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中該聚合物粉末或另一聚合物一般為聚(烷基(alk))丙烯酸烷基酯或(烷基(alk))丙烯酸之均聚物，或聚(烷基(alk))丙烯酸烷基酯或(烷基(alk))丙烯酸與一或多種其他乙烯基單體之共聚物，典型地該聚合物粉末為甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸異丁酯或甲基丙烯酸正丁酯之均聚物，或甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸異丁酯或甲基

丙烯酸正丁酯與一或多種其他乙烯基單體之共聚物。

28. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中該聚合物粉末呈平均粒度在 10 微米與 800 微米之間，例如在 15 微米至 600 微米範圍內之珠粒形式。
29. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中該聚合物粉末包含 60% w/w 與 99.9% w/w 之間的該固體組份。
30. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中該引發劑包含 0.1% w/w 與 15% w/w 之間的該固體組份。
31. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中固體與液體組份之比或該丙烯酸聚合物與該另一聚合物之重量比在 1:2 至 4:1 範圍內。
32. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其中其他單官能性單體或其殘基不存在於該組成物或該丙烯酸聚合物之該液體組份中，典型地該等其他單體可為丙烯酸或乙烯單體，例如甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸異丁酯及甲基丙烯酸正丁酯。
33. 如申請專利範圍第 32 項之組成物、包裝或底座，其中甲基丙烯酸乙酯單官能性單體或其殘基不存在於該組成物或其丙烯酸聚合物之該液體組份中。
34. 如前述申請專利範圍中任一項之組成物、包裝或底座，其進一步包含選自與過渡金屬鹽組合的巴比妥酸化合物之聚合活化劑或加速劑，其較佳存在於該儲存穩定固體組份中，較佳存在於，更佳溶解於中該液體組份中。

35. 如申請專利範圍第 34 項之組成物、包裝或底座，其中該聚合活化劑或加速劑包含該固體組份中之 0.1 wt%至 2.0 wt%巴比妥酸化合物，諸如 1-苯甲基 5-苯基巴比妥酸；及溶解於該液體組份中之 0.005 wt%至 0.05 wt%銅化合物，諸如乙醯丙酮銅。

36. 一種生產金相學底座之方法，其包含以下步驟：-

將如前述申請專利範圍中任一項之固體組份及液體組份混合在一起以形成液體或半固體糊狀物；

將該液體或半固體糊狀物傾入待分析之含金相學樣本之模具中以至少部分封裝該樣本；

允許該液體或半固體糊狀物在該樣本周圍硬化；及

視情況，將該安裝金相學樣本自該模具釋放以用於分析或進一步製備。

37. 一種生產金相學底座之方法，其包含以下步驟：-

將儲存穩定固體組份及儲存穩定液體組份混合在一起以形成液體或半固體糊狀物，該固體組份包含聚合物粉末及引發劑，且該液體組份包含丙烯酸單體及視情況活化劑或加速劑，該引發劑組分以使該丙烯酸單體組分在與該液體組份混合後能有效聚合之量存在，其特徵在於該丙烯酸單體組分包含含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體；

將該液體或半固體糊狀物傾入待分析之含金相學樣本之模具中以至少部分封裝該樣本；

允許該液體或半固體糊狀物硬化以在該樣本周圍形成固體塊狀物；及

視情況，將該安裝金相學樣本自該模具釋放以用於分析或進一步製備。

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

多組份丙烯酸冷硬化組成物

A MULTI-PART ACRYLIC COLD-CURING COMPOSITION

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種用於金相學以生產金相學底座之多組份，典型地雙組份冷硬化組成物，且特定言之但非排他地關於利用含環狀酯側基之丙烯酸單體的一種多組份冷硬化組成物。

【先前技術】

【0002】 金相研究或金相學(亦稱為金相封裝)係檢查經製備材料表面上宏觀結構及微觀結構特徵。待藉由金相學檢查之試樣典型地藉由以下步驟進行準備工作：首先將各試樣封裝於塑膠底座內以有助於樣本製備期間之處理。此對於需要層體的完美邊緣保持或保護之試樣尤其重要。底座之直徑尺寸典型地在約 25 mm 至 75 mm 範圍內。安裝於樹脂之後，樣本製備隨後由以下組成：研磨，且隨後使用連續更精細磨料拋光以獲得所需表面加工。對於微觀結構檢查，需要鏡面加工，但精細研磨加工足以用於宏觀結構評估。化學或其他蝕刻方法通常用於描繪宏觀及微觀結構特徵。製備後，藉由肉眼、光顯微法及/或電子顯微法檢查樣本。

【0003】 使用兩種類型安裝技術：熱壓縮安裝(亦稱作熱安裝)及冷安裝。使用安裝技術之選擇視若干因素而定，諸如待檢查樣本之數目、所需品質及成本。

【0004】 熱安裝需要使用冶金安裝壓機。其在較短週期時間內產生用

於封裝冶金樣本之硬性底座且對於規則系列之進入樣本為理想的。所得底座具有高品質、均一尺寸及形狀，且需要較短處理時間。

【0005】 冷安裝適用於同時進入實驗室之較大系列樣本且亦適用於單個樣本。冷安裝尤其適合於對熱或壓力敏感的安裝試樣。另外，冷安裝無需安裝壓機之投資且因此有利於不頻繁安裝任務。一些冷安裝樹脂可用於真空含浸。

【0006】 用於冷安裝中之三種主要類型之樹脂為環氧樹脂、丙烯酸樹脂及聚酯樹脂。全部以雙組份系統形式供應。環氧樹脂及聚酯系統涉及樹脂及硬化劑。丙烯酸系統利用丙烯酸樹脂粉末及液體單體。樹脂硬化涉及放熱反應，且混合恰當比例成分對產生高品質底座至關重要。

【0007】 丙烯酸系統具有易於使用且提供較短硬化時間之特定優點。其極適合於不規則地成形樣品之連續安裝及常規作業或單個樣品。

【0008】 本發明涉及用於冷安裝之丙烯酸樹脂及單體領域。冷安裝製程涉及在環境溫度下在與丙烯酸樹脂粉末組合時液體單體之冷硬化（亦稱為自我硬化或自聚合）。

【0009】 用於金相學應用之丙烯酸樹脂為熟知的。固體組份一般包含甲基丙烯酸甲酯（MMA）、甲基丙烯酸乙酯（EMA）、甲基丙烯酸異丁酯（iBMA）或甲基丙烯酸正丁酯（nBMA）之均聚物或共聚物。

【0010】 液體組份一般包含單官能性甲基丙烯酸酯單體，諸如 MMA、EMA、iBMA 或 nBMA，單獨或以兩者或兩者以上混合物之形式。交聯單體亦可作為液體組份之一部分存在，諸如乙二醇二甲基丙烯酸酯。

【0011】 不幸地，單官能性甲基丙烯酸酯單體（諸如 MMA、EMA、

iBMA 及 nBMA) 面臨用於冷安裝應用之問題，使其不吸引人使用。舉例而言，與環氧樹脂及聚酯樹脂相比，其往往會具有相對較高氣味。另外，其屬於一類被列為可燃且運輸危險之材料，因此需要特殊運輸配置且儲存於特定區域。當使用該等材料時，此等因素導致成本增加且操作標準較高。

【0012】 氣味問題可藉由使用較高分子量單官能性甲基丙烯酸酯單體減輕，諸如 2-乙基甲基丙烯酸己酯、甲基丙烯酸辛酯或甲基丙烯酸十二烷基酯，但此等單體具有增加固體/液體組合聚合且凝固之時間的缺點。另外，所得底座由於玻璃轉移溫度 (T_g) 降低與單體轉化成聚合物之轉化率降低之組合而較軟。

【0013】 可考慮官能性單體，諸如甲基丙烯酸；或甲基丙烯酸羧烷基酯，諸如甲基丙烯酸羧基乙酯或甲基丙烯酸羧基丙酯。此等單體之揮發性低於單官能性甲基丙烯酸酯單體，諸如 MMA、EMA、iBMA 及 nBMA，且其因此具有較低氣味，但其為應用帶來其他問題。舉例而言，甲基丙烯酸具有腐蝕性（因此需要特殊處理），且其在低於 15°C 之溫度下為固體。甲基丙烯酸羧基乙酯及甲基丙烯酸羧基丙酯為潛在的皮膚敏化劑。

【0014】 US5080583 描述一種藉由冷硬化方法用以製造畸齒矯正器具之雙組分丙烯酸單體-聚合物系統，亦即藉由在環境溫度下將兩種組分混合在一起且使其在引發劑及活化劑或加速劑之作用下硬化。亦添加芳精油以提供畸齒矯正器具令人愉快的味道及氣味。另外，將金屬硬體嵌入丙烯酸基質中，使得當裝置位於患者口中之適當位置時嵌入硬體朝外延伸而接觸患者之口。然而，US5080583 考慮到金相學研究未嵌入金屬硬體。另外，其教示甲基丙烯酸甲酯（若用於金相學，則具有揮發性、氣味及可燃性問

題之單體)在液體組份中之用途，如上文所詳述。

【0015】 EP2502942 論述使用單組份雙重引發劑 UV 及熱硬化組成物。該文獻教示避免過氧化物引發劑及偶氮基引發劑用於熱硬化之用途。單組份組成物替換據稱導致透明度缺乏且需要高壓力之 2-組份(2-K)系統。

【0016】 出人意料地，已發現可藉由在多組份丙烯酸系統中使用具有環狀酯側基之單官能性甲基丙烯酸酯單體達成針對金相學的改良所需特徵之組合(諸如快速凝固、硬度及清晰度與減輕氣味)、改良的易用性及運輸。

【發明內容】

【0017】 根據本發明之第一態樣，提供一種用於金相學模具以產生金相學底座之多組份，較佳地為雙組份丙烯酸冷硬化組成物，其包含儲存穩定固體組份及儲存穩定液體組份，可操作該等組份以形成在將該等組份混合在一起後聚合成固體塊狀物之混合物，該固體組份包含聚合物粉末及引發劑，且該液體組份包含丙烯酸單體及視情況活化劑或加速劑，該引發劑組分以使該丙烯酸單體組分在與該液體組份混合後能有效聚合之量存在，其特徵在於該丙烯酸單體組分包含含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體。

【0018】 根據本發明之第二態樣，提供一種用於金相學模具以產生金相學底座之多組份，較佳地為雙組份冷硬化包裝，其包含第一容器及第二容器，該第一容器及該第二容器之內含物分別根據本發明之第一態樣的固體及液體組份。

【0019】 根據本發明之第三態樣，提供一種根據本發明之第一態樣的冷硬化組成物或根據本發明之第二態樣的包裝，其用作產生金相學底座之冷安裝金相學成型組成物。

【實施方式】

【0020】 適合的含環狀酯側基之單官能性丙烯酸單體較佳為甲基丙烯酸酯單體，且包括甲基丙烯酸環狀脂族酯單體及甲基丙烯酸芳基酯單體。具有環狀脂族酯基團之單官能性甲基丙烯酸酯單體可選自甲基丙烯酸環己酯、甲基丙烯酸異冰片酯、甲基丙烯酸二環戊烯酯、甲基丙烯酸二氫二環戊二烯酯、甲基丙烯酸金剛烷基酯、甲基丙烯酸 4-第三丁基環己酯、甲基丙烯酸 3,3,5-三甲環己酯及甲基丙烯酸四氫呋喃酯。單官能性甲基丙烯酸芳基酯單體可選自甲基丙烯酸苯甲酯、甲基丙烯酸 2-苯氧基乙酯及甲基丙烯酸苯酯。視情況，用於液體組份之單官能性單體可包含一種以上單官能性丙烯酸單體之混合物。

【0021】 典型地，含環狀酯側基之單官能性單體組分包含 10% w/w 與 100% w/w 之間的未硬化組成物中之總單體，更典型地 50% w/w 與 98% w/w 之間，最典型地 70% w/w 與 96% w/w 之間。一般而言，單體之其餘部分由多官能性及視情況如本文中闡明之其他單官能性單體組成。因此，典型地，本文中描述之多官能性單體可包含 0 與 90% w/w 之間的未硬化組成物中之總單體，更典型地 2% w/w 與 50% w/w 之間，最典型地 4% w/w 與 30% w/w 之間。

【0022】 含環狀酯側基之單官能性單體或其殘基可包含 70% w/w 與 98% w/w 之間的未硬化組成物液體組份中之總單體或丙烯酸聚合物之單體殘基，典型 75% w/w 與 96% w/w 之間，或 80% 與 96% 之間，更典型地 75% w/w 與 90% w/w 之間，或 78% w/w 與 88% w/w 之間。

【0023】 典型地，多官能性單體或其殘基包含 2% w/w 與 30% w/w 之

間的未硬化組成物中之總單體或形成丙烯酸聚合物之單體殘基，更典型地 4% w/w 與 25% w/w 之間，或 4% w/w 與 20% w/w 之間，最典型地 10% w/w 與 25% w/w 之間，或 12% w/w 與 22% w/w 之間。

【0024】 典型地，丙烯酸單體組分包含 80% w/w 與 100% w/w 之間的液體組份，更典型地 90.0% w/w 與 99.8% w/w 之間，最典型地 92.5% w/w 與 99.5% w/w 之間。液體組份之其餘部分典型地由如本文中詳述之其他添加劑組成。因此，活化劑或加速劑包含 0 與 10% w/w 之間的液體組份，更典型地 0.2% w/w 與 7.5% w/w 之間，最典型地 0.5% w/w 與 5% w/w 之間。活化劑或加速劑之尤佳含量為高於液體組份之 2.0% w/w。

【0025】 典型地，固體及液體組份包含 90-100% w/w 組成物，更典型地約 100% w/w 組成物。

【0026】 較佳地，固體組份包含聚合物粉末及聚合引發劑及視情況其他添加劑，諸如催化劑、填充劑、顏料及染料。較佳地，液體組份包含液體單體，且除視情況選用之活化劑或加速劑之外，視情況包含其他添加劑，諸如穩定劑、填充劑、顏料及染料。

【0027】 當準備使用時，典型地在環境溫度下及大氣壓將固體及液體組份混合在一起以形成傾入含待封裝試樣之安裝杯中的可澆注混合物。一般而言，混合聚合引發劑與活化劑或加速劑之操作使混合物黏度增加且硬化成固體。

【0028】 當固體與液體組份混合在一起時，其形成液體或半固體糊狀物，該液體或半固體糊狀物在聚合引發劑及加速劑作用下黏度增加且硬化成固體。首先，聚合物粒子經單體潤濕、溶合且開始溶解。溶合聚合物粒