



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 24.II.1967 (P 119 144)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 31.III.1969

Kl. 45 I, 1/00

MKP A 01 n 1/00

UKD 631.365:
632.6

Współtwórcy wynalazku i
Współwłaściciele patentu: Ryszard Heropolitański, Warszawa (Polska)
Józef Skorobohaty, Zabrze (Polska)

Sposób utrwalania preparatów w przezroczystych tworzywach sztucznych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób utrwalania preparatów i przedmiotów przez zatapianie ich w przezroczystych tworzywach sztucznych.

Znane dotychczas sposoby utrwalania preparatów w tworzywach sztucznych mają tę wadę, że często wokół preparatu a także w pewnej odległości od niego w samym tworzywie powstają pęcherzyki zniekształcające obraz preparatu i praktycznie uniemożliwiające korzystanie z niego.

Inne metody, za pomocą których można uzyskać utrwalone w tworzywie sztucznym preparaty bez pęcherzyków, mają z kolei tę niedogodność, że czas kondensacji czy polimeryzacji wymagany do całkowitego utwardzenia tworzywa jest bardzo długi, bądź też wymagane jest dodatkowe stosowanie ciśnienia względnie inne uciążliwe operacje.

Wiadomo, że zjawiska polimeryzacji czy kondensacji względnie kopolimeryzacji czy polikondensacji są procesami egzotermicznymi. Oznacza to, że przy przejściu od ciekłego monomeru lub niskopolimeryzowanego, ciekłego polimeru do stałej żywicy musi wydzielć się pewna określona ilość ciepła.

Przykładowo przy polimeryzacji styrenu wydzielą się 16,1 kcal/mol, przy polimeryzacji akrylanu metylu 20,2 kcal/mol, przy polimeryzacji metakrylanu metylu 12,9 kcal/mol.

Ta znaczna ilość ciepła musi być odprowadzona podczas polimeryzacji w sposób równomierny. W przeciwnym bowiem przypadku następuje gwałtowny wzrost temperatury, który może doprowadzić

2

do wrzenia monomeru bądź rozkładu części utrwalanego preparatu. W jednym i drugim przypadku powstają wspomniane wyżej pęcherze, które dyskwalifikują uzyskany produkt. Kontrolowane odprowadzanie znacznych ilości ciepła przy twardniejącym tworzywie, które jak wiadomo jest złym przewodnikiem ciepła, zwłaszcza przy utrwalaniu dużych preparatów, jest bardzo utrudnione ponieważ jednocześnie istnieje konieczność utrzymania określonej szybkości procesu.

Sposób według wynalazku usuwa omówione wyżej niedogodności i wady. Sposób ten polega na tym, że polimeryzację, polikondensację, kopolimeryzację czy kondensację monomeru względnie niskopolimeryzowanego ciekłego polimeru prowadzi się w obecności zanurzonego w ciekłym monomerze lub niskopolimeryzowanym polimerze stałego produktu polimeryzacji lub kondensacji tego monomeru.

W sposobie według wynalazku preparat, który ma być utrwalony przez zatopienie go w przezroczystym tworzywie sztucznym osusza się oraz usuwa z niego rozpuszczone w monomerze żywicy substancje takie jak na przykład barwniki i ewentualnie inhibitory polimeryzacji. Znanymi sposobami na przykład przez moczenie w alkoholu etylowym bądź innym odpowiednim rozpuszczalniku, następnie wprowadza się go do formy pomiędzy ułożone kawałki stałego polimeru.

Formę wraz z preparatem zalewa się niewielką ilością niskopolimeryzowanego ciekłego polimeru

bądź monomeru z określoną ilością inicjatora przez działanie zmniejszonego ciśnienia z zatapianego preparatu usuwa się powietrze, przy czym po odłączeniu próżni na miejsce powietrza zostaje wessana otaczająca preparat ciecz.

Tak przygotowany zestaw poddaje się polimeryzacji czy kondensacji przez ogrzewanie bądź naświetlanie.

W wyniku przeprowadzonego procesu uzyskuje się monolityczny blok polimeru z zatopionym w nim preparatem.

Odpowietrzanie preparatu można również przeprowadzić w oddzielnym naczyniu przed wprowadzeniem go do formy. Wprowadzanie do polimeryzującej bądź kondensującej masy stałego polimeru ogranicza a niekiedy zmniejsza do minimum ilość stosowanego monomeru bądź niskospolimeryzowanego polimeru ciekłego. W rezultacie zmniejsza się proporcjonalnie ilość ciepła, która musi się wydzielć w wyniku egzotermicznej reakcji polimeryzacji czy kondensacji prowadzącej do uzyskania tworzywa całkowicie utwardzonego i tym samym zostaje sprowadzone do minimum bądź całkowicie wyeliminowane niebezpieczeństwo powstawania przegrzań.

Sposób według wynalazku pozwala na szybkie prowadzenie polimeryzacji czy kondensacji bez obawy przegrzania reagującej masy powyżej temperatury wrzenia monomeru a także powyżej temperatury rozkładu delikatnych części preparatu, gdyż niewielka ilość monomeru czy niskospolimeryzowanego ciekłego polimeru szybko przereaguje nawet w stosunkowo niskiej temperaturze.

Dodatkową korzyścią sposobu według wynalazku jest możliwość zastosowania polimeru stałego jako podkładek odstępowych, dla umieszczenia preparatu w odpowiedniej odległości od dna formy.

Do zatapiania preparatów sposobem według wynalazku nadają się wszelkie monomery dające w wyniku polimeryzacji, kopolimeryzacji bądź polikondensacji przezroczyste tworzywa stałe, które rozpuszczają się w swoim monomerze. Jest to warunkiem uzyskania bloków polimeru jednorodnych fizycznie i optycznie. Szczególnie do tego celu nadają się akrylan metylu, metakrylan metylu, styren. Zamiast kawałków polimeru można stosować także płytki lub polimer perełkowy względnie emulsyjny.

Przykład I. Na dno formy układa się kawałki równej grubości polimetakrylanu metylu. Na tej warstwie umieszcza się zatapiany preparat, uprzednio wysuszony i oczyszczony znaną metodą.

Wokół preparatu układa się dość szczelnie kawałki polimeru do żądanej wysokości i preparat pokrywa się jeszcze dodatkową warstwą polimeru.

Następnie do formy wlewa się niskospolimeryzowany metakrylan metylu o zawartości 0,1% nadtlenu benzoilu w ilości około 1/5 objętości formy. Winien on sięgać powyżej warstwy górnej stałego polimetakrylanu metylu.

Tak przygotowany zestaw poddaje się odpowiedzianiu znaną metodą a następnie po uszczelnieniu formy ogrzewa w termostacie w temperaturze około 50° C przez 8 godzin. Po upływie tego czasu temperaturę podnosi się do 70° C i ogrzewa przez 3 godziny. Uzyskuje się jednorodny blok polimetakrylanu metylu z zatopionym wewnątrz preparatem, który z kolei poddaje się normalnej obróbce mechanicznej za pomocą skrawania, szlifuje i poleruje.

Przykład II. Preparat przygotowuje się i zalewa jak w przykładzie I stosując niskospolimeryzowany metakrylan metylu zawierający 0,2% nadtlenu benzoilu. Polimeryzację prowadzi się w temperaturze około 40° C przez 10 godzin a następnie w temperaturze 70° C przez 2 godziny.

Przykład III. Preparat przygotowuje się i zalewa jak w przykładzie I. Zamiast kawałków polimetakrylanu metylu na dno formy wsypuje się odpowiedniej grubości warstwę polimetakrylanu metylu perełkowego. Po umieszczeniu preparatów w formie zasypuje się go następną warstwą polimeru perełkowego i zalewa niskospolimeryzowanym ciekłym polimerem podobnie jak to opisano w przykładzie I. Ciekły polimer winien sięgać powyżej górnej warstwy polimeru perełkowego. Proces polimeryzacji prowadzi się podobnie jak w przykładzie I lub II.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób utrwalania preparatów w przezroczystych tworzywach sztucznych przez zanurzenie preparatu w monomerze lub nisko spolimeryzowanym ciekłym polimerze w obecności inicjatora polimeryzacji i następnie utwardzenie przez polimeryzację bądź kondensację **znamienny tym**, że utwardzanie przez polimeryzację bądź kondensację prowadzi się w obecności zanurzonego w ciekłym monomerze lub nisko spolimeryzowanym ciekłym polimerze stałego produktu kondensacji lub polimeryzacji tego monomeru lub nisko spolimeryzowanego ciekłego polimeru.