



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)  
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



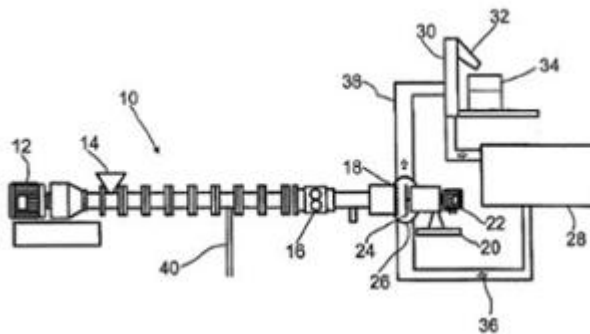
1-0027526

(51)<sup>7</sup> C08J 9/16; B29B 9/12; C08J 9/34; C08J 9/12; B29B 9/06; B29C 44/34 (13) B

- (21) 1-2015-04765 (22) 11/06/2014  
(86) PCT/EP2014/062144 11/06/2014 (87) WO 2014/198779 18/12/2014  
(30) 13171855.3 13/06/2013 EP  
(45) 25/02/2021 395 (43) 25/04/2016 337A  
(73) BASF SE (DE)  
67056 Ludwigshafen, Germany  
(72) DAESCHLEIN, Christian (DE); GUTMANN, Peter (DE); PRISSOK, Frank (DE);  
KEPPELER, Uwe (DE); AHLERS, Juergen (DE).  
(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

#### (54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT HẠT XÓP

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất hạt xốp từ chất đàn hồi nhiệt dẻo có độ giãn khi đứt lớn hơn 100% khi đo theo DIN EN ISO 527-2, quy trình này bao gồm các bước: (a) ép polyme nóng chảy chứa chất tạo khí qua đĩa có lỗ (18) có nhiệt độ được kiểm soát trong khoảng từ 150°C đến 280°C vào trong buồng tạo hạt (26), (b) sử dụng thiết bị cắt (20) để nghiền nhỏ polyme nóng chảy được ép qua đĩa có lỗ (18) thành các hạt xốp riêng lẻ, xả các hạt khỏi buồng tạo hạt (26) bằng cách sử dụng dòng chất lỏng (36), trong đó chất tạo khí là CO<sub>2</sub> hoặc N<sub>2</sub> hoặc hỗn hợp của CO<sub>2</sub> và N<sub>2</sub> và lượng chất tạo khí trong polyme nóng chảy chứa chất tạo khí nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,5% trọng lượng và trong đó buồng tạo hạt (26) có dòng chất lỏng đi qua có nhiệt độ được kiểm soát trong khoảng từ 5°C đến 90°C và áp suất của nó cao hơn áp suất môi trường xung quanh từ 0,1 bar (0,01 MPa) đến 20 bar (2 MPa), áp suất và nhiệt độ của chất lỏng trong buồng tạo hạt (26) và cả nhiệt độ của đĩa có lỗ (18) được chọn sao cho hạt được tạo xốp trong chất lỏng có áp bởi chất tạo khí mà chúng chứa để tạo ra hạt xốp có vỏ bao liền khối.



**Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất hạt xốp từ chất đàn hồi nhiệt dẻo có độ giãn khi đứt lớn hơn 100% khi đo theo DIN EN ISO 527-2. Hạt xốp từ chất đàn hồi nhiệt dẻo có độ giãn khi đứt lớn hơn 100% khi đo theo DIN EN ISO 527-2, có tính chất đàn hồi và ma sát và do đó hữu dụng trong nhiều ứng dụng. Ví dụ về việc sử dụng hạt xốp này bao gồm đệm thể dục dùng nhiều lần, dụng cụ bảo vệ cơ thể, các sản phẩm trang trí ô tô, chất hấp thụ âm thanh và rung động, bao gói hoặc trong đế giày. Độ đàn hồi và độ đồng nhất cao của khối hạt này có ý nghĩa quyết định trong tất cả các lĩnh vực này.

**Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Vật liệu bột cụ thể là vật liệu bột bao gồm các hạt bột đã được biết từ lâu và đã được mô tả nhiều trong các tài liệu, ví dụ, tại trang 416, cột 20 ấn phẩm lần thứ 4 của Ullmann có tên là: "Enzyklopädie der technischen Chemie".

Tài liệu WO 2007/082838 bộc lộ quy trình sản xuất polyuretan nhiệt dẻo xốp chứa chất tạo khí. Bước thứ nhất của quy trình này là đun polyuretan nhiệt dẻo thành hạt. Hạt được tẩm chất tạo khí trong huyền phù trong nước dưới áp suất ở bước thứ hai và được tạo xốp ở bước thứ ba. Theo một phương án khác của quy trình này, polyuretan nhiệt dẻo được nấu chảy trong máy đun cùng với chất tạo khí và dịch nóng chảy này được tạo hạt mà không cần đến thiết bị chống tạo bọt. Hợp chất hữu cơ dễ bay hơi được sử dụng làm chất tạo khí khi sản xuất bằng cách đun.

Tài liệu EP-A0 664 197 bộc lộ việc sản xuất chất đàn hồi nhiệt dẻo xốp bằng cách sử dụng nước làm chất tạo khí với nỗ lực tránh sử dụng chất tạo khí hữu cơ. Một quy trình thay thế để sản xuất bột từ chất đàn hồi nhiệt dẻo bằng cách sử dụng cacbon dioxit và nitơ làm chất tạo khí đã được biết, ví dụ, từ tài liệu WO 2004/018551. Một quy trình khác để sản xuất chất đàn hồi nhiệt dẻo xốp đề cập trở lại quy trình sản xuất bột được mô tả trong tài liệu WO 2004/018551 cũng được bộc lộ trong tài liệu WO 2007/044123.

Tuy nhiên, không tài liệu nào trong số các tài liệu nêu trên bộc lộ rằng quy trình được mô tả này cũng có thể được sử dụng để tạo ra hạt xốp có vỏ bao liền khối.

Việc sử dụng quy trình đùn để sản xuất hạt xốp từ TPU cho phép sản xuất liên tục và do đó đạt được việc xử lý nhanh vật liệu có độ cứng khác nhau và chuyển đổi nhanh giữa các tính chất khác, ví dụ, màu sắc của hạt xốp.

Một vấn đề khác nữa liên quan đến việc sản xuất trực tiếp hạt xốp bằng cách đùn là các hạt xốp mà không tạo thành vỏ bao liền khối theo quy trình và hạt xốp bị bẹp, khiến cho không thể sản xuất được hạt có mật độ khối thấp. Một nhược điểm khác là chất tạo khí được sử dụng lại dễ cháy và như vậy sẽ khó xử lý do luôn có nguy cơ cháy nổ. Hơn nữa, hạt xốp được sản xuất còn phải được lưu trữ cho đến khi chất tạo khí dễ cháy được sử dụng đã bay hơi hết trước khi nó có thể được xuất kho.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất hạt xốp từ chất đàn hồi nhiệt dẻo có độ giãn khi đứt lớn hơn 100% khi đo theo DIN EN ISO 527-2 có vỏ bao liền khối, mà không có nhược điểm như các giải pháp kỹ thuật đã biết. Hạt được sản xuất bằng cách sử dụng quy trình này sẽ có hình dạng đồng nhất, cấu trúc lỗ đồng nhất và mật độ khối rất thấp. Đồng thời, một khoảng lớn mật độ khác nhau sẽ là có thể đạt được bằng quy trình này. Ngoài ra, còn tránh được việc sử dụng chất tạo khí hữu cơ.

Mục đích nêu trên đạt được bởi quy trình sản xuất hạt xốp từ chất đàn hồi nhiệt dẻo có độ giãn khi đứt lớn hơn 100% khi đo theo DIN EN ISO 527-2, quy trình này bao gồm các bước:

- (a) ép polyme nóng chảy chứa chất tạo khí qua đĩa có lỗ có nhiệt độ được kiểm soát trong khoảng từ 150°C đến 280°C vào trong buồng tạo hạt,
- (b) sử dụng thiết bị cắt để nghiền nhỏ polyme nóng chảy được ép qua đĩa có lỗ có nhiệt độ được kiểm soát thành các hạt xốp riêng lẻ,
- (c) xả các hạt khỏi buồng tạo hạt bằng cách sử dụng dòng chất lỏng,

trong đó chất tạo khí là CO<sub>2</sub> hoặc N<sub>2</sub> hoặc hỗn hợp của CO<sub>2</sub> và N<sub>2</sub> và lượng chất tạo khí trong polyme nóng chảy chứa chất tạo khí nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,5% trọng lượng và trong đó buồng tạo hạt có dòng chất lỏng đi qua có nhiệt độ được kiểm soát trong khoảng từ 5°C đến 90°C và áp suất của nó cao hơn áp suất môi trường xung quanh từ 0,1 bar (0,01 MPa) đến 20 bar (2 MPa), áp suất và nhiệt độ của chất lỏng trong buồng tạo hạt và cả nhiệt độ của đĩa có

lỗ được chọn sao cho hạt được tạo xốp trong chất lỏng có áp bởi chất tạo khí mà chúng chứa để tạo ra hạt xốp có vỏ bao liền khối.

Tác giả sáng chế bất ngờ phát hiện ra rằng không thu được mật độ khối thấp nhất, như mong đợi, với lượng chất tạo khí rất cao, mà là với lượng chất tạo khí không lớn hơn 2,5% trọng lượng, tốt hơn là không lớn hơn 2% trọng lượng và đặc biệt là không lớn hơn 1,5% trọng lượng dẫn đến mật độ khối rất thấp. Khi lượng chất tạo khí nhỏ hơn 0,5% trọng lượng, mật độ khối cũng tăng trở lại. Ở đây, các phân khối lượng tương ứng được tính trên tổng khối lượng của polyme nóng chảy chứa chất tạo khí trong đó.

Lượng tối ưu của chất tạo khí được sử dụng tùy thuộc vào chất đàn hồi nhiệt dẻo được sử dụng và vào thành phần của chất tạo khí, nhưng nó luôn nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,5% trọng lượng.

Polyme nóng chảy được trộn với chất tạo khí và tùy chọn còn cả chất pha trộn được đẩy qua đĩa có lỗ ở bước (a) của quy trình. Việc sản xuất polyme nóng chảy chứa chất tạo khí và tùy chọn còn cả chất pha trộn thường được thực hiện bằng cách sử dụng máy đùn và/hoặc bơm dịch nóng chảy. Hai thiết bị này còn được sử dụng để tạo ra áp suất cần để ép polyme nóng chảy qua đĩa có lỗ. Khi máy đùn, ví dụ, máy đùn vít kép, được sử dụng, trước tiên polyme được hóa dẻo và tùy chọn được trộn với các chất trợ. Trong quá trình trộn, nguyên liệu trong máy đùn được vận chuyển về phía đĩa có lỗ có nhiệt độ được kiểm soát. Nếu chất tạo khí không được cấp vào trong máy đùn ngay từ đầu cùng với polyme, thì nó có thể được bổ sung vào polyme sau khi polyme đã đi được một phần chiều dài trong máy đùn. Chất tạo khí và polyme sẽ được trộn khi chúng đi qua chiều dài còn lại trong máy đùn. Theo quy trình, dịch nóng chảy được đưa đến nhiệt độ cần cho việc tạo hạt tiếp theo. Áp suất cần để ép dịch nóng chảy qua đĩa có lỗ có thể được tạo bởi bơm dịch nóng chảy chẳng hạn. Theo cách khác, áp suất cần thiết này được tạo ra bởi hình học thích hợp của máy đùn và cụ thể là, của trục vít máy đùn. Áp suất cần cho việc tạo hạt và nhiệt độ của dịch nóng chảy tùy thuộc vào polyme được sử dụng và cả các chất trợ được sử dụng và chất tạo khí được sử dụng và còn tùy thuộc vào tỷ lệ trộn giữa các thành phần. Sau khi qua đĩa có lỗ có nhiệt độ được kiểm soát, polyme nóng chảy đi vào trong buồng tạo hạt. Buồng tạo hạt có dòng chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát đi qua, áp suất của nó cao hơn áp suất môi trường xung quanh từ 0,1 bar (0,01 MPa) đến 20 bar (2 MPa). Tốt hơn là, áp suất của chất

lông đi qua buồng tạo hạt cao hơn áp suất môi trường xung quanh từ 0,1 bar (0,01 MPa) đến 5 bar (0,5 MPa).

Trong buồng tạo hạt, polyme được đẩy qua đĩa có lỗ có nhiệt độ được kiểm soát được tạo hình thành các sợi, thiết bị cắt nghiền nhỏ các sợi này thành các hạt xốp riêng lẻ. Thiết bị cắt có thể được tạo dưới dạng cánh quay nhanh chẳng hạn. Hình dạng của hạt thu được tùy thuộc vào hình dạng và kích thước của lỗ trên đĩa có lỗ và cả vào áp suất mà ở đó dịch nóng chảy được đẩy qua các lỗ trên đĩa có lỗ vào tốc độ của thiết bị cắt. Tốt hơn là, áp suất đẩy, tốc độ của thiết bị cắt và kích thước của lỗ trên đĩa có lỗ được chọn sao cho hình dạng của hạt gần như hình cầu hoặc hình elip.

Ở bước cuối cùng của quy trình, hạt được xả khỏi buồng tạo hạt bởi chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát đi qua buồng tạo hạt. Việc chọn áp suất và nhiệt độ của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát là sao cho các sợi/các viên polyme được tạo xốp bởi chất tạo khí mà chúng chứa theo cách có kiểm soát và vỏ bao liền khối được tạo trên bề mặt của các hạt.

Hạt chảy cùng với chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát vào trong máy tách nước trong đó hạt được tách ra khỏi chất lỏng. Hạt xốp thành phẩm được thu gom vào thùng chứa, trong khi chất lỏng được lọc và quay trở lại vào trong buồng tạo hạt bởi bơm.

Việc tạo hạt trong chất lỏng có áp trong đó nhiệt độ của chất lỏng được kiểm soát để ngăn ngừa polyme nóng chảy chứa chất tạo khí trải qua quá trình tạo xốp không được kiểm soát trong đó không xảy ra việc tạo thành vỏ bao liền khối. Ban đầu, hạt này có thể có mật độ khối thấp, nhưng nó nhanh chóng bị bẹp trở lại. Kết quả là có thể tạo ra hạt không đồng nhất có mật độ khối cao và độ đàn hồi thấp hơn. Quy trình theo sáng chế làm chậm quá trình tạo xốp của hạt theo cách có kiểm soát để tạo ra hạt có cấu trúc có vỏ bao liền khối và cấu trúc lỗ bên trong, trong đó kích thước lỗ nhỏ trên bề mặt và tăng theo chiều hướng vào tâm hạt. Tốt hơn là, kích thước của lỗ ở tâm nhỏ hơn 250  $\mu\text{m}$ . Mật độ khối của hạt xốp không lớn hơn 250 g/l. Tốt hơn là, kích thước tạo xốp tối đa của một hạt xốp nằm trong khoảng từ 2 đến 15 mm, cụ thể là nằm trong khoảng từ 5 đến 12 mm, trong khi đó khối lượng của một hạt nằm trong khoảng từ 2 đến 40 mg, cụ thể là nằm trong khoảng từ 5 đến 35 mg.

Quá trình tạo xốp của hạt được khống chế bằng cách kiểm soát áp suất và nhiệt

độ của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát trong buồng tạo hạt và cả bằng cách kiểm soát nhiệt độ của đĩa có lỗ. Khi hạt xấp quá nhanh và/hoặc theo cách không được kiểm soát, có nghĩa là vỏ bao liền khối không được tạo thành, thì áp suất của chất lỏng trong buồng tạo hạt tăng và nhiệt độ của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát trong buồng tạo hạt giảm. Áp suất tăng của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát bao quanh hạt chống lại tác dụng giãn nở của chất tạo khí và làm chậm quá trình tạo xấp của hạt. Việc giảm nhiệt độ của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát trong buồng tạo hạt làm vỏ bao dày hơn trên hạt và do đó tạo ra khả năng chống tạo xấp cao hơn. Khi chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát có áp suất quá cao hoặc nhiệt độ quá thấp so với chất tạo khí được sử dụng, thì quá trình tạo xấp của hạt có thể bị cản trở quá mức hoặc thậm chí bị dừng hoàn toàn, tạo ra hạt trong đó mật độ khối quá cao. Trong trường hợp này, áp suất của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát trong buồng tạo hạt giảm và/hoặc nhiệt độ của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát tăng.

Là một phương án bổ sung hoặc thay thế cho việc điều chỉnh áp suất và/hoặc nhiệt độ của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát trong buồng tạo hạt, quá trình tạo xấp của hạt cũng có thể bị ảnh hưởng bởi nhiệt độ của đĩa có lỗ có nhiệt độ được kiểm soát. Việc giảm nhiệt độ của đĩa có lỗ có nhiệt độ được kiểm soát có tác dụng giải phóng nhiệt từ polyme nóng chảy nhanh hơn vào trong môi trường. Điều này thúc đẩy việc tạo thành vỏ bao liền khối là điều kiện tiên quyết để hạt bột ổn định. Nếu nhiệt độ của đĩa có lỗ và/hoặc của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát trong buồng tạo hạt được để quá thấp, thì polyme nóng chảy sẽ nguội đi quá nhanh và việc hóa rắn trước khi tạo xấp đầy đủ có thể xuất hiện. Quá trình tạo xấp của hạt bởi chất tạo khí mà chúng chứa như vậy sẽ bị cản trở nghiêm trọng để tạo thành hạt có mật độ khối cao quá mức. Vì thế, nhiệt độ của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát trong buồng tạo hạt và/hoặc nhiệt độ của đĩa có lỗ có nhiệt độ được kiểm soát tăng trong trường hợp này.

Theo sáng chế, tốt hơn là nhiệt độ của chất lỏng trong buồng tạo hạt nằm trong khoảng từ 5°C đến 90°C để cho hạt có thể trải qua quá trình tạo xấp có kiểm soát trong đó vỏ bao bột liền khối được tạo thành. Tốt hơn là, nhiệt độ của chất lỏng nằm trong khoảng từ 10°C đến 60°C và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 25°C đến 45°C. Theo sáng chế, tốt hơn là nhiệt độ của đĩa có lỗ có nhiệt độ được kiểm soát trong khoảng từ 150°C đến 280°C, tốt hơn nữa là trong khoảng từ 220°C đến 260°C.

Nhiệt độ quá lớn trên phần đĩa có lỗ khiến tạo ra vỏ bao mỏng trên bề mặt của

hạt và làm bẹp bề mặt sau này. Nhiệt độ quá thấp trên phần đĩa có lỗ làm giảm mức độ giãn nở và dẫn đến bề mặt không tạo bọt dày trên hạt.

Chất đàn hồi nhiệt dẻo được sử dụng cho quy trình sản xuất hạt xốp theo cách của sáng chế bao gồm, ví dụ, chất đàn hồi từ polyeste nhiệt dẻo, ví dụ, polyeteeste hoặc polyesteeste, polyete copolyamit nhiệt dẻo, ví dụ, polyete copolyamit, hoặc copolyme khối styren, ví dụ, copolyme khối styren-butadien.

Bất ngờ là đối với chất đàn hồi từ polyeste nhiệt dẻo, ví dụ, polyeteeste và polyesteeste, và đối với copolyme khối styren, ví dụ, copolyme khối styren-butadien, thì có thể đạt được mật độ thấp nhất, khi lượng chất tạo khí lớn hơn 0,5% trọng lượng và nhỏ hơn 1,5% trọng lượng và áp suất của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát đi qua buồng tạo hạt lớn hơn áp suất môi trường xung quanh từ 0,1 bar (0,01 MPa) đến 2 bar (0,2 MPa). Đối với copolyamit nhiệt dẻo, ví dụ, polyete copolyamit, tốt hơn là lượng chất tạo khí lớn hơn 1,5% trọng lượng và nhỏ hơn 2,5% trọng lượng và tốt hơn là áp suất trong buồng tạo hạt lớn hơn áp suất môi trường xung quanh từ 5 bar (0,5 MPa) đến 20 bar (2 MPa).

Các polyeteeste và polyesteeste nhiệt dẻo này có thể thu được theo phương pháp trong tài liệu thông thường bất kỳ bằng cách este hóa hoặc chuyển hóa este axit dicarboxylic thơm và béo có 4 đến 20 nguyên tử cacbon và, một cách tương ứng, este của chúng bằng diol và polyol béo và thơm thích hợp. Phương pháp chế tạo tương ứng được mô tả, ví dụ, trong "Polymer Chemistry", Interscience Publ., New York, 1961, pp. 111-127; Kunststoffhandbuch, volume VIII, C. Hanser Verlag, Munich 1973 và Journal of Polyme Science, Part A1, 4, pages 1851-1859 (1966).

Axit dicarboxylic thơm hữu dụng bao gồm, ví dụ, axit phtalic, axit isophtalic và axit teraphtalic hoặc, một cách tương ứng, este của chúng. Axit dicarboxylic thơm hữu dụng bao gồm, ví dụ, axit 1,4-xyclohexandicarboxylic, axit adipic, axit sebaxic, axit azelaic, và axit decandicarboxylic như axit dicarboxylic bão hòa và cả axit maleic, axit fumaric, axit aconitic, axit itaconic, axit tetrahydrophtalic và axit tetrahydroterephtalic là axit dicarboxylic không bão hòa.

Thành phần diol hữu dụng bao gồm, ví dụ, diol có công thức tổng quát là HO-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH, trong đó n là số nguyên bằng từ 2 đến 20. Diol hữu dụng bao gồm, ví dụ, etylen glycol, 1,3-propandioli, 1,4-butandioli hoặc 1,6-hexandioli.

Tốt hơn là, polyeteol dễ chuyển hóa este thành polyeteeste nhiệt dẻo là polyeteol có công thức tổng quát  $\text{HO}-(\text{CH}_2)_n-\text{O}-(\text{CH}_2)_m-\text{OH}$ , trong đó mỗi  $n$  và  $m$  độc lập là số nguyên nằm trong khoảng từ 2 đến 20 và  $n$  và  $m$  có thể giống hoặc khác nhau.

Diol và polyeteol không bão hòa hữu dụng để sản xuất polyeteeste bao gồm, ví dụ, 1,4-butendiol và cả polyeteol và diol chứa các đơn vị thơm.

Ngoài axit carboxylic đã nêu và este của nó và cả rượu đã nêu, đại diện thông thường khác bất kỳ của các lớp hợp chất này đều có thể được sử dụng để tạo ra polyeteeste và polyesteeste được sử dụng theo quy trình theo sáng chế. Pha rắn của các copolyme khối thường được tạo từ axit dicarboxylic thơm và diol mạch ngắn, trong khi đó pha mềm được tạo từ polyeste hai chức béo có sẵn có phân tử lượng  $M_w$  nằm trong khoảng từ 500 đến 3000 g/mol. Pha cứng và mềm có thể được kết hợp bổ sung bằng chất liên kết hoạt như diisoxyanat, chất này phản ứng với nhóm rượu ở đầu cuối chẳng hạn.

Polyeteamit nhiệt dẻo hữu dụng cho quy trình theo sáng chế cũng có thể thu được theo phương pháp trong tài liệu đã biết bất kỳ bằng phản ứng của amin và axit carboxylic, hoặc este của nó. Trong trường hợp này, amin và/hoặc axit carboxylic còn chứa cả các đơn vị ete kiểu R-O-R, trong đó R là gốc hữu cơ béo hoặc thơm. Nói chung, monome được lựa chọn từ các lớp hợp chất dưới đây được sử dụng:

- $\text{HOOC-R}'-\text{NH}_2$ , trong đó R' có thể là thơm hoặc béo và tốt hơn là chứa các đơn vị ete kiểu R-O-R. Trong đó R là gốc hữu cơ béo hoặc thơm,
- axit dicarboxylic thơm, ví dụ, axit phtalic, axit isophtalic và axit terephtalic, hoặc este của chúng, và cả axit dicarboxylic thơm chứa các đơn vị ete kiểu R-O-R, trong đó R là gốc hữu cơ béo hoặc thơm,
- axit dicarboxylic béo, ví dụ, axit 1,4-xyclohexan dicarboxylic, axit adipic, axit sebaxic, axit azelaic, và axit decandicarboxylic là axit dicarboxylic không bão hòa và cả axit maleic, axit fumaric, axit aconitic, axit itaconic, axit tetrahydroptalic và axit tetrahydroterephtalic là axit dicarboxylic không bão hòa, và cả axit dicarboxylic béo chứa các đơn vị ete kiểu R-O-R, trong đó R là gốc hữu cơ béo và/hoặc thơm,



- diamin có công thức tổng quát  $H_2N-R''-NH_2$ , trong đó  $R''$  có thể là thơm và béo và tốt hơn là chứa các đơn vị ete kiểu  $R-O-R$  và  $R$  là gốc hữu cơ béo và/hoặc thơm,
- lactam, ví dụ,  $\epsilon$ -caprolactam, pyrrolidon hoặc lauro lactam, và cả
- axit amin.

Ngoài axit carboxylic đã nêu và este của nó và cả amin, lactam và axit amin đã nêu, đại diện thông thường khác bất kỳ của các lớp hợp chất này đều có thể được sử dụng để tạo ra polyeteamin được sử dụng theo quy trình theo sáng chế. Cũng đã biết là sản phẩm hỗn hợp của polytetrahydrofuran và chất đồng điệu của amit, cũng có thể được sử dụng.

Chất đàn hồi nhiệt dẻo có cấu trúc copolyme khối được sử dụng theo sáng chế, tốt hơn là chứa vinyl thơm, butadien và isopren và cả polyolefin và các đơn vị vinylic, ví dụ, đơn vị etylen, propylen và vinyl axetat. Copolyme styren-butadien được ưu tiên.

Tốt hơn là, chất đàn hồi nhiệt dẻo được sử dụng theo sáng chế có độ cứng Shore nằm trong khoảng từ A40 đến D80. Đặc biệt ưu tiên là độ cứng Shore nằm trong khoảng từ A44 đến D60, cụ thể là nằm trong khoảng từ A65 đến A99. Đặc biệt ưu tiên là độ cứng Shore nằm trong khoảng từ A65 đến A96. Độ cứng Shore được xác định theo DIN 53505. Tốt hơn là, nhiệt độ nóng chảy của chất đàn hồi nhiệt dẻo được sử dụng theo sáng chế nhỏ hơn  $300^\circ C$ , tốt hơn nữa là không lớn hơn  $250^\circ C$  và đặc biệt là không lớn hơn  $220^\circ C$ . Độ giãn khi đứt của chất đàn hồi nhiệt dẻo theo sáng chế lớn hơn 100% khi đo theo DIN EN ISO 527-2, tốt hơn là lớn hơn 200%, tốt hơn nữa là lớn hơn 300% và đặc biệt là lớn hơn 400%. Hơn nữa, tốt hơn là độ giãn khi đứt lớn nhất là 1000%, cụ thể là lớn nhất là 800%.

Chất đàn hồi nhiệt dẻo được sử dụng theo sáng chế có thể là vô định hình hoặc kết tinh một phần.

Hạt xộp thu được bằng cách sử dụng quy trình theo sáng chế có thể còn chứa cả chất pha trộn như thuốc nhuộm, chất màu, chất độn, chất chống cháy, chất đồng vận của chất chống cháy, chất chống tĩnh điện, chất ổn định, chất hoạt động bề mặt, chất hóa dẻo và chất chống tia hồng ngoại với lượng hữu hiệu.

Chất chống tia hồng ngoại thích hợp làm giảm sự góp phần vào tính dẫn nhiệt

của bức xạ bao gồm, ví dụ, oxit kim loại, oxit phi kim, bột kim loại, ví dụ, bột nhôm, cacbon, ví dụ, muội than, than chì hoặc kim cương, hoặc thuốc nhuộm hữu cơ và thuốc nhuộm màu. Cụ thể là, việc sử dụng chất chống tia hồng ngoại là có lợi cho ứng dụng ở nhiệt độ cao. Muội than, titan dioxit, sắt oxit hoặc ziriconi dioxit được đặc biệt ưu tiên sử dụng làm chất chống tia hồng ngoại. Các chất này có thể được sử dụng không chỉ riêng rẽ mà còn kết hợp, nghĩa là, ở dạng hỗn hợp của hai hoặc hơn hai chất. Chất độn bất kỳ có thể là hữu cơ và/hoặc vô cơ.

Khi chất độn bao gồm, ví dụ, bột hữu cơ và vô cơ hoặc chất dạng xơ và cả hỗn hợp của chúng. Chất độn hữu cơ hữu dụng bao gồm, ví dụ, bột gỗ, tinh bột, xơ gai, xơ gai dầu, xơ gai, xơ đay, xơ dừa, xơ bông, xơ xenlulôza hoặc xơ aramit. Chất độn vô cơ hữu dụng bao gồm, ví dụ, silic oxit, barit, bột thủy tinh, zeolit, kim loại hoặc oxit kim loại. Đặc biệt ưu tiên là sử dụng bột vô cơ như đá phấn, cao lanh, nhôm hydroxit, magie hydroxit, nhôm nitrit, nhôm silicat, bari sulfat, canxi cacbonat, canxi sulfat, silic oxit, thạch anh bột, aerosil, đất chứa sét, mica hoặc wolastonit hoặc bột hoặc xơ vô cơ, ví dụ, bột sắt, bột thủy tinh, xơ thủy tinh hoặc xơ cacbon. Đường kính hạt trung bình hoặc, trong trường hợp chất độn dạng xơ, thì chiều dài của xơ cần nằm trong khoảng kích thước lỗ hoặc nhỏ hơn. Được ưu tiên là đường kính hạt trung bình hoặc chiều dài xơ trung bình nằm trong khoảng từ 0,1 đến 100  $\mu\text{m}$  và cụ thể là nằm trong khoảng từ 1 đến 50  $\mu\text{m}$ . Ưu tiên là chất độn hồi nhiệt dẻo để tạo xốp chứa chất tạo khí và cả từ 5 đến 80% trọng lượng chất độn hữu cơ và/hoặc vô cơ, tính trên tổng khối lượng của hệ thống chứa chất tạo khí.

Chất hoạt động bề mặt hữu dụng chứa trong thành phần đúc nhiệt dẻo bao gồm, ví dụ, hợp chất được sử dụng để tăng cường quá trình đồng nhất hóa nguyên liệu bắt đầu và cũng có thể điều chỉnh cấu trúc lỗ. Chất hoạt động bề mặt thích hợp bao gồm, ví dụ, chất nhũ hóa, ví dụ, natri muối của dầu thầu dầu sulfat hoặc của axit béo và cả muối của axit béo với amin, ví dụ, dietylamin oleat, dietanolamin stearat, dietanolamin rixinoleat, muối của axit sulfonic, ví dụ, kim loại kiềm hoặc muối amoni của axit dodexylbenzen hoặc dinaphtylmetandisulfonic và axit rixinoleic; chất ổn định bọt như polyme hỗn hợp siloxan-oxyalkylen và các siloxan hữu cơ khác, alkylphenol được etoxylat hóa, rượu béo được etoxylat hóa, dầu parafin, este của dầu thầu dầu hoặc este rixinoleic, dầu đỏ Thổ Nhĩ Kỳ và dầu lạc, và chất điều chỉnh lỗ, ví dụ, parafin, rượu béo và dimethylpolysiloxan. Oligome polyacrylat có phần polyoxyalkylen và floalkan

là nhóm phụ cũng hữu dụng để cải thiện tác dụng nhũ hóa, cấu trúc lỗ và/hoặc sự ổn định của nó. Chất hoạt động bề mặt thường được sử dụng với lượng bằng 0,01 đến 5% trọng lượng, tính trên tổng khối lượng của hệ thống chứa chất tạo khí.

Chất chống cháy thích hợp bao gồm, ví dụ, tricresyl phosphat, tris(2-clo-etyl) phosphat, tris(2-clopropyl) phosphat, tris(1,3-diclopropyl) phosphat, tris(2,3-dibrompropyl) phosphat và tetrakis(2-cloetyl)etylen diphosphat. Ngoài phosphat được thể halogen đã nêu, chất chống cháy vô cơ bao gồm phospho đỏ, nhôm oxit hydrat, antimon trioxit, arsen trioxit, amoni polyphosphat và canxi sulfat hoặc dẫn xuất của axit xyanuric, ví dụ, melamin hoặc hỗn hợp của ít nhất hai chất chống cháy, ví dụ, amoni phosphat và melamin và cả tùy chọn tinh bột và/hoặc than chì để tạo xốp cũng đều có thể được sử dụng để tạo ra tính chống cháy trên chất đàn hồi nhiệt dẻo được tạo bột. Nói chung, đã chứng minh là có lợi nếu sử dụng từ 0 đến 50% trọng lượng và tốt hơn là từ 5 đến 25% trọng lượng chất chống cháy hoặc hỗn hợp chất chống cháy tính trên tổng khối lượng của hệ thống chứa chất tạo khí.

Trước khi polyme nóng chảy được ép vào trong buồng tạo hạt, nó được trộn với chất tạo khí CO<sub>2</sub> hoặc hỗn hợp của CO<sub>2</sub> và N<sub>2</sub>. Chất đồng tạo khí có thể được bổ sung thêm vào polyme nóng chảy. Chất đồng tạo khí hữu dụng bao gồm alkan như etan, propan, butan, pentan, rượu như etanol, isopropanol, hydrocarbon được halogen hóa hoặc CFC hoặc hỗn hợp của chúng. Cụ thể là, việc chỉ sử dụng CO<sub>2</sub> hoặc hỗn hợp của CO<sub>2</sub> và N<sub>2</sub> làm chất tạo khí là có lợi, do chúng là khí trơ khó cháy, vì vậy môi trường khí cháy nổ tiềm tàng không xuất hiện khi sản xuất. Điều này làm cho việc đề phòng an toàn chi phí cao trở nên không cần thiết và làm giảm mạnh nguy cơ tiềm tàng khi sản xuất. Cũng là có lợi khi sản phẩm không phải được lưu trữ để cho phép chất bay hơi dễ cháy thoát ra trước khi sản phẩm được xuất kho.

Các lợi thế khác xuất hiện khi bổ sung thêm một hoặc nhiều chất tạo nhân vào polyme nóng chảy chứa chất tạo khí. Cụ thể là, chất tạo nhân hữu dụng bao gồm bột tan, canxi florua, natri phenylphosphinat, nhôm oxit, muối than, than chì, chất màu và polytetrafloetylen được nghiền mịn riêng rẽ hoặc theo cách khác trong hỗn hợp bất kỳ. Cụ thể là, bột tan được ưu tiên sử dụng làm chất tạo nhân. Tốt hơn là, tỷ lệ của chất tạo nhân trên tổng lượng thành phần đúc nhiệt dẻo hoặc của polyme nóng chảy nằm trong khoảng từ 0 đến 4% trọng lượng và đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% trọng lượng.

### Mô tả vắn tắt hình vẽ

Dưới đây sáng chế sẽ được mô tả cụ thể hơn dựa vào hình vẽ. Hình vẽ duy nhất Fig.1 là sơ đồ của thiết bị tạo hạt polyme nóng chảy.

### Mô tả chi tiết sáng chế

Fig.1 thể hiện sơ đồ của thiết bị sản xuất hạt xốp từ polyme nóng chảy chứa chất tạo khí. Polyme khởi đầu được cấp vào trong máy đùn 10 qua phễu nạp liệu 14. Máy đùn 10 được tạo cấu hình, ví dụ, là máy đùn vít kép và hoạt động bằng động cơ 12. Phễu nạp liệu 14 có thể còn được sử dụng để bổ sung các chất trợ như, ví dụ, thuốc nhuộm hoặc chất tạo nhân. Nguyên liệu được cấp được nấu chảy và được hóa dẻo trong máy đùn. Theo quy trình, nguyên liệu được vận chuyển về phía đĩa có lỗ 18.

Theo phương án được biểu thị trên Fig.1, bơm dịch nóng chảy 16 được bố trí trước đĩa có lỗ 18 để tạo áp suất cho dịch nóng chảy. Áp suất được chọn là hàm số của loại và số lượng của chất tạo khí được sử dụng. Chất tạo khí được cấp vào trong polyme nóng chảy qua lỗ bổ sung 40 trên máy đùn 10 ở giữa phễu nạp liệu 14 và bơm dịch nóng chảy 16. Theo phương án được biểu thị, lỗ bổ sung 40 dùng cho chất tạo khí được bố trí sao cho chất tạo khí chỉ được bổ sung sau khi tất cả polyme đã được nấu chảy. Chất tạo khí đã cấp được kết hợp vào trong dịch nóng chảy trong chiều dài còn lại trong máy đùn. Hỗn hợp của cacbon dioxit và nitơ là một ví dụ về chất tạo khí thích hợp.

Bơm dịch nóng chảy 16 giúp đẩy dịch nóng chảy qua đĩa có lỗ 18 vào trong buồng tạo hạt 26. Buồng tạo hạt có dòng chất lỏng đi qua, áp suất của nó cao hơn áp suất môi trường xung quanh. Chiều chuyển động được chỉ báo bởi các mũi tên 36. Trong buồng tạo hạt 26, cánh quay 24 được bố trí trong phương tiện tạo hạt 20. Cánh quay 24 được dẫn động bởi động cơ 22. Polyme nóng chảy ra khỏi đĩa có lỗ 18 dưới dạng các sợi polyme kéo dài được nghiền nhỏ bởi cánh quay 24. Các hạt xốp riêng rẽ được tạo ra theo quy trình này. Áp suất đẩy và cả tốc độ của thiết bị cắt được chọn sao cho hình dạng của hạt gần như hình cầu.

Các hạt trong chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát được tạo xốp bởi chất tạo khí mà chúng chứa, trong khi nhiệt độ của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát và của đĩa có lỗ có nhiệt độ được kiểm soát và cả áp suất của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát được chọn sao cho hạt xốp có vỏ bao bọc liền khối. Dòng chất lỏng có nhiệt độ

được kiểm soát xả hạt giãn nở/hạt xộp thu được từ buồng tạo hạt 26 và cấp chúng qua đường ống tuần hoàn 38 vào trong máy sấy 30. Trong máy sấy 30, hạt xộp được tách khỏi chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát và được tách nước và được chuyển, qua phần xả sản phẩm 32, vào trong thùng chứa 34. Chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát mà từ đó hạt được lấy ra tiếp tục đi qua đường ống tuần hoàn 38 vào trong bơm tuần hoàn 28, trong đó chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát được lọc, có nhiệt độ được kiểm soát và được tạo áp suất. Từ bơm tuần hoàn 28, chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát quay lại vào trong buồng tạo hạt 26.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Máy đùn vít kép có đường kính trục vít bằng 18 mm và tỷ lệ chiều dài trên đường kính bằng 40 được nạp bởi 99,5 phần khối lượng chất đàn hồi nhiệt dẻo (TPE) 10 và 0,5 phần khối lượng bột tan. Chất đàn hồi nhiệt dẻo được nấu chảy trong vùng nấu chảy của máy đùn vít kép và được trộn với bột tan. Sau khi nấu chảy chất đàn hồi nhiệt dẻo và trộn lẫn với bột tan, CO<sub>2</sub> hoặc trong ví dụ 6 là hỗn hợp của CO<sub>2</sub> và N<sub>2</sub> được bổ sung làm chất tạo khí. Từng lượng chất tạo khí được bổ sung được đưa vào bảng số liệu trong các ví dụ. Trong quá trình đi qua chiều dài còn lại trong máy đùn, chất tạo khí và polyme nóng chảy sẽ được trộn với nhau để tạo thành một hỗn hợp đồng nhất. Tổng lưu lượng của TPE, bột tan và chất tạo khí đi qua máy đùn bằng 3,5 kg/giờ.

Trong ví dụ 1 đến 5, các thông số xử lý sau đây được thiết đặt: tùy thuộc vào TPE được sử dụng, nhiệt độ trong máy đùn trong vùng nấu chảy và trong quá trình trộn lẫn bột tan vào trong TPU nằm trong khoảng từ 220°C đến 230°C. Nhiệt độ trên vỏ máy đùn ở vị trí phun giảm xuống giá trị nằm trong khoảng từ 205°C đến 220°C và vỏ tiếp theo xuống giá trị nằm trong khoảng từ 200°C đến 220°C. Tất cả các phần vỏ khác cho đến đầu máy đùn và cả bơm dịch nóng chảy đều được duy trì ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C đến 220°C. Bơm dịch nóng chảy tạo ra áp suất bằng 90 bar (9 MPa) ở đầu của máy đùn. Nhiệt độ của van khởi động được thiết đặt bằng 210°C hoặc 220°C và đĩa có lỗ được gia nhiệt đến nhiệt độ đích bằng 250°C bằng cách gia nhiệt bằng điện.

Trong ví dụ 6, các thông số xử lý sau đây được thiết đặt: nhiệt độ trong máy đùn được thiết đặt đồng đều bằng 180°C cho đến van khởi động và đĩa có lỗ được gia

nhệt đến nhiệt độ đích bằng 250°C bằng cách gia nhiệt bằng điện. Bơm dịch nóng chảy tạo ra áp suất bằng 90 bar (9 MPa) ở đầu của máy đùn.

Trong tất cả các ví dụ, hỗn hợp của TPE, bột tan và chất tạo khí được ép qua đĩa có lỗ có lỗ với đường kính bằng 1 mm và được nghiền nhỏ trong buồng tạo hạt có nước chảy ngang ở phía sau bằng 10 cánh quay được gắn vào vòng cánh. Trong ví dụ 1 đến 5, áp suất trong buồng tạo hạt bằng 1 bar (0,1 MPa) và trong ví dụ 6, áp suất trong buồng tạo hạt được thiết đặt bằng 10 bar (1 MPa) đến 15 bar (1,5 MPa). Môi trường có nhiệt độ được kiểm soát được duy trì không đổi ở nhiệt độ 30°C. Trong khoảng thời gian có mặt của nó trong buồng tạo hạt, hỗn hợp tạo xốp. Hạt có kích thước trung bình bằng khoảng 2 mm và khối lượng bằng khoảng 2 mg được tạo ra theo quy trình này. Để xác định mật độ khối, bình có thể tích 100 ml được đổ đầy hạt xốp và được cân đến độ chính xác bằng  $\pm 5$  g/l. Trong tất cả các ví dụ, các hạt được tạo đều có vỏ bao liền khối.

Các ví dụ dưới đây thể hiện kết quả.

#### Ví dụ 1

TPE được sử dụng là polyeteeste trên cơ sở polytetrahydrofuran (poly-THF) và polybutylen terephtalat (PBT) và có độ giãn khi đứt lớn hơn 500%, độ cứng Shore bằng 90A và khoảng nhiệt độ nóng chảy từ 175 đến 190°C. TPE này được xử lý bằng phương pháp được mô tả ở trên và mật độ khối được xác định như được mô tả ở trên. Các mật độ khối tương ứng với các tỷ lệ cụ thể của chất tạo khí được bổ sung được liệt kê trong Bảng 1.

Bảng 1

Ví dụ	CO <sub>2</sub> (% trọng lượng)	Mật độ khối (g/l)
1.1	0,5	342
1.2	0,75	299
1.3	1,0	229
1.4	1,25	164
1.5	1,5	254
1.6	1,75	378
1.7	2	355
1.8	2,5	367

#### Ví dụ 2

TPE được sử dụng là polyeteeste trên cơ sở axit 1,4-benzdicarboxylic, dimetyl

este, 1,4-butandiol và  $\alpha$ -hydro- $\omega$ -hydroxypoly(oxy-1,4-butandiyl) và có độ giãn khi đứt lớn hơn 700%, độ cứng Shore bằng 96A và khoảng nhiệt độ nóng chảy từ 200 đến 220°C, có thể mua được dưới tên thương mại Pelprene® P-70B của Toyobo Co, Ltd., chẳng hạn. TPE này được xử lý bằng phương pháp được mô tả ở trên và mật độ khối được xác định như được mô tả ở trên. Các mật độ khối tương ứng với các tỷ lệ cụ thể của chất tạo khí được bổ sung được liệt kê trong Bảng 2.

Bảng 2

Ví dụ	CO <sub>2</sub> (% trọng lượng)	Mật độ khối (g/l)
2.1	0,5	340
2.2	0,75	267
2.3	1,0	202
2.4	1,25	153
2.5	1,5	257
2.6	1,75	393
2.7	2	372
2.8	2,5	379

## Ví dụ 3

TPE được sử dụng là copolyme khối styren-butadien (SBC) có các tính chất của chất đàn hồi nhiệt dẻo (S-TPE, độ giãn khi đứt lớn hơn 300%, độ cứng Shore 84A, MVR (melt volume rate: lưu lượng thể tích dịch nóng chảy) (200°C/5 kg) = 14 cm<sup>3</sup>/10 phút), có thể mua được dưới tên thương mại Styroflex® 2G66 của Styrolution chẳng hạn. TPE này được xử lý bằng phương pháp được mô tả ở trên và mật độ khối được xác định như được mô tả ở trên. Các mật độ khối tương ứng với các tỷ lệ cụ thể của chất tạo khí được bổ sung được liệt kê trong Bảng 3.

Bảng 3

Ví dụ	CO <sub>2</sub> (% trọng lượng)	Mật độ khối (g/l)
3.1	0,5	256
3.2	0,75	181
3.3	1,0	244
3.4	1,25	349
3.5	1,5	389
3.6	1,75	392
3.7	2	401
3.8	2,5	387

## Ví dụ 4

TPE được sử dụng là polyeteeste có đoạn mềm từ polyete có độ giãn khi đứt lớn hơn 450%, độ cứng Shore bằng 38D và MVR (190°C/2,16 kg) bằng 28 cm<sup>3</sup>/10 phút, có thể mua được dưới tên thương mại Arnitel® PL380 của DSM chẳng hạn. TPE này được xử lý bằng phương pháp được mô tả ở trên và mật độ khối được xác định như được mô tả ở trên. Các mật độ khối tương ứng với các tỷ lệ cụ thể của chất tạo khí được bổ sung được liệt kê trong Bảng 4.

Bảng 4

Ví dụ	CO <sub>2</sub> (% trọng lượng)	Mật độ khối (g/l)
4.1	0,5	289
4.2	0,75	192
4.3	1,0	183
4.4	1,25	169
4.5	1,5	257
4.6	1,75	278
4.7	2	275
4.8	2,5	281

## Ví dụ 5

TPE được sử dụng là polyeteeste trên cơ sở các đoạn polybutylen terephthalat (tinh thể) cứng và các đơn vị (vô định hình) mềm có nguồn gốc từ các polyete glycol mạch dài có độ giãn khi đứt lớn hơn 700%, độ cứng Shore bằng 30D và MFR lưu lượng chất (190°C/2,16 kg) bằng 5 g/10 phút, có thể mua được dưới tên thương mại Hytrel® 3078 của DuPont chẳng hạn. TPE này được xử lý bằng phương pháp được mô tả ở trên và mật độ khối được xác định như được mô tả ở trên. Các mật độ khối tương ứng với các tỷ lệ cụ thể của chất tạo khí được bổ sung được liệt kê trong Bảng 5.

Bảng 5

Ví dụ	CO <sub>2</sub> (% trọng lượng)	Mật độ khối (g/l)
5.1	0,5	273
5.2	0,75	204
5.3	1,0	175
5.4	1,25	214
5.5	1,5	265
5.6	1,75	299
5.7	2	287
5.8	2,5	284



## Ví dụ 6

TPE được sử dụng là polyete copolyamit trên cơ sở các đơn vị polyete đàn hồi và các đơn vị polyamit kết tinh có độ giãn khi đứt lớn hơn 750%, độ cứng Shore bằng 27D và nhiệt độ nóng chảy bằng 134°C theo ISO 11357, có thể mua được dưới tên thương mại Pebax® 2533 SD 02 của Arkema. TPE này được xử lý bằng phương pháp được mô tả ở trên và mật độ khối được xác định như được mô tả ở trên. Mật độ khối tương ứng với các tỷ lệ cụ thể của chất tạo khí và các áp suất khác nhau của chất lỏng có nhiệt độ được kiểm soát đi qua buồng tạo hạt được liệt kê trong Bảng 6.

Bảng 6

Ví dụ	CO <sub>2</sub> (% trọng lượng)	N <sub>2</sub> (% trọng lượng)	Áp suất trong buồng tạo hạt (bar)	Mật độ khối (g/l)
6.1	1,75	0,3	10 (1 MPa)	213
6.2	1,75	0,3	15 (1,5 MPa)	167

## Danh mục số chỉ dẫn

- 10 Máy đùn
- 12 Động cơ
- 14 Phễu nạp liệu
- 16 Bơm dịch nóng chảy
- 18 Đĩa có lỗ
- 20 Thiết bị tạo hạt
- 22 Động cơ
- 24 Cánh
- 26 Buồng tạo hạt
- 28 Bơm tuần hoàn
- 30 Máy sấy
- 32 Phần xả sản phẩm
- 34 Thùng chứa
- 36 Chiều đi
- 38 Đường ống tuần hoàn
- 40 Lỗ bổ sung chất tạo khí

**YÊU CẦU BẢO HỘ**

1. Quy trình sản xuất hạt xốp từ chất đàn hồi nhiệt dẻo có độ giãn khi đứt lớn hơn 100% khi đo theo DIN EN ISO 527-2, quy trình này bao gồm các bước:

(a) ép polyme nóng chảy chứa chất tạo khí qua đĩa có lỗ (18) có nhiệt độ được kiểm soát trong khoảng từ 150°C đến 280°C vào trong buồng tạo hạt (26),

(b) sử dụng thiết bị cắt (20) để nghiền nhỏ polyme nóng chảy được ép qua đĩa có lỗ (18) thành các hạt xốp riêng lẻ,

(c) xả các hạt khỏi buồng tạo hạt (26) bằng cách sử dụng dòng chất lỏng (36),

trong đó chất tạo khí là CO<sub>2</sub> hoặc N<sub>2</sub> hoặc hỗn hợp của CO<sub>2</sub> và N<sub>2</sub> và lượng chất tạo khí trong polyme nóng chảy chứa chất tạo khí nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2,5% trọng lượng và trong đó buồng tạo hạt (26) có dòng chất lỏng đi qua, có nhiệt độ được kiểm soát trong khoảng từ 5°C đến 90°C và áp suất của nó cao hơn áp suất môi trường xung quanh từ 0,1 bar (0,01 MPa) đến 20 bar (2 MPa), áp suất và nhiệt độ của chất lỏng trong buồng tạo hạt (26) và cả nhiệt độ của đĩa có lỗ (18) được chọn sao cho hạt được tạo xốp trong chất lỏng có áp bởi chất tạo khí mà chúng chứa để tạo ra hạt xốp có vỏ bao liền khối.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó polyme nóng chảy là chất đàn hồi nhiệt dẻo trên cơ sở polyeteamit, polyeteeste, polyesteeste hoặc copolyme khối styren-butadien.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó chất đàn hồi nhiệt dẻo có độ giãn khi đứt lớn hơn 200% khi đo theo DIN EN ISO 527-2.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 3, trong đó nhiệt độ của chất lỏng trong buồng tạo hạt (26) giảm khi hạt trải qua quá trình tạo xốp không được kiểm soát không tạo ra vỏ bao liền khối và tăng khi không có quá trình tạo xốp hoặc quá trình tạo xốp không đủ của hạt.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 4, trong đó nhiệt độ của đĩa có lỗ (18) giảm khi hạt trải qua quá trình tạo xốp không được kiểm soát không tạo ra vỏ bao liền khối và tăng khi không có quá trình tạo xốp hoặc quá trình tạo xốp không đủ của hạt.

6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 5, trong đó polyme nóng chảy chứa chất tạo khí và chất tạo nhân.

7. Quy trình theo điểm 6, trong đó chất tạo nhân có kích thước từ 0,01  $\mu\text{m}$  đến 100  $\mu\text{m}$  và được lựa chọn từ bột tan, canxi florua, natri phenylphosphinat, nhôm oxit, muối than, than chì, chất màu, polytetrafloetylen được nghiền mịn hoặc hỗn hợp của chúng.
8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 7, trong đó chất tạo khí chứa chất đồng tạo khí và trong đó chất đồng tạo khí được lựa chọn từ alkan, rượu, hydrocarbon được halogen hóa hoặc hỗn hợp của chúng.
9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 8, trong đó buồng tạo hạt có áp suất và nhiệt độ được chọn sao cho mật độ khối của hạt xốp không lớn hơn 250 g/l.

FIG. 1

