



(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)



1-0027858

(51)⁷ C08G 18/72; C08G 18/40; C08G 18/79; (13) B
C08G 18/48; C08G 18/12; C08G 18/42

(21) 1-2016-01538

(22) 23/10/2014

(86) PCT/EP2014/072730 23/10/2014

(87) WO 2015/062960 07/05/2015

(30) PCT/CN2013/086082 28/10/2013 CN

(45) 25/04/2021 397

(43) 26/09/2016 342A

(73) BASF SE (DE)

67056 Ludwigshafen, Germany

(72) TOMOVIC, Zeljko (RS); KAMM, Andre (DE); LIANG, Dong (CN); ORTALDA, Marco (IT); CUBUKCU, Erhan (TR).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT VẬT ĐÚC XÓP POLYURETAN VÀ VẬT ĐÚC XÓP
POLYURETAN THU ĐƯỢC TỪ QUY TRÌNH NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất vật đúc xốp polyuretan có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 200 đến 500 g/dm³, trong đó: (a) chất tiền trùng hợp polyisoxyanat có thể thu được bằng phản ứng của ít nhất một polyisoxyanat hữu cơ (a1), ít nhất một polyesterol thứ nhất (a2) và ít nhất một polyeterol (a3) thu được từ phản ứng alkoxyl hóa của phân tử gốc với alkylenoxit bao gồm etylen oxit, trong đó polyeterol (a3) có số mg hydroxyl nằm trong khoảng từ 20 đến 65 mg KOH/g, khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 2000 đến 6000, độ chức nằm trong khoảng từ 1,7 đến 3,0 và hàm lượng của các đơn vị etylenoxit nằm trong khoảng từ 13 đến 30% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của polyeterol (a3) và trong đó hàm lượng của polyeterol (a3), tính theo tổng khối lượng của chất tiền trùng hợp polyisoxyanat hữu cơ (a), nằm trong khoảng từ 3 đến 15% khối lượng, được trộn với: (b) ít nhất một polyesterol thứ hai, (c) chất tạo bọt và tùy ý (d) chất kéo dài mạch và/hoặc chất liên kết ngang, (e) chất xúc tác và (f) chất phụ trợ và/hoặc chất phụ gia khác để tạo thành hỗn hợp phản ứng, hỗn hợp phản ứng này được đưa vào khuôn và được để phản ứng để tạo thành vật đúc xốp polyuretan. Sáng chế còn đề cập đến vật đúc xốp polyuretan thu được từ quy trình theo sáng chế.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất vật đúc xốp polyuretan có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 200 đến 500 g/dm³, trong đó (a) chất tiền trùng hợp polyisoxyanat có thể thu được bằng phản ứng của ít nhất một polyisoxyanat hữu cơ (a1), ít nhất một polyesterol thứ nhất (a2) và ít nhất một polyeterol (a3) thu được từ phản ứng alkoxyl hóa của phân tử gốc với alkylenoxit bao gồm etylen oxit trong đó polyeterol (a3) có số mg hydroxyl nằm trong khoảng từ 20 đến 65 mg KOH/g, khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 2000 đến 6000, độ chức nằm trong khoảng từ 1,7 đến 3,0 và hàm lượng của các đơn vị etylenoxit nằm trong khoảng từ 13 đến 30% khối lượng tính theo tổng khối lượng của polyeterol (a3) và trong đó hàm lượng của polyeterol (a3), tính theo tổng khối lượng của chất tiền trùng hợp polyisoxyanat hữu cơ (a), nằm trong khoảng từ 3 đến 15% khối lượng, được trộn với: (b) ít nhất một polyesterol thứ hai, (c) chất tạo bọt và tùy ý (d) chất kéo dài mạch và/hoặc chất liên kết ngang, (e) chất xúc tác và (f) các chất phụ trợ và/hoặc chất phụ gia khác để tạo thành hỗn hợp phản ứng, hỗn hợp phản ứng này được đưa vào khuôn và được cho phản ứng để tạo thành vật đúc xốp polyuretan. Sáng chế còn đề cập đến vật đúc xốp polyuretan thu được từ quy trình theo sáng chế.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trào lưu để giày nhẹ đã trở nên phổ biến trong những năm gần đây. Tuy nhiên, việc làm giảm tỷ trọng của đế giày polyuretan làm phát sinh các vấn đề về độ ổn định về kích thước của các vật đúc. Điều này có nghĩa là toàn bộ đế sẽ trở nên nhỏ hơn hoặc chất lượng bề mặt của đế giày sẽ giảm đi do các vị trí co lại.

Để làm tăng độ ổn định về kích thước của các polyuretan, nhiều phương pháp khác nhau đã được đề cập trong các tài liệu kỹ thuật. Ví dụ, DE 2402734 mô tả phương pháp sản xuất xốp polyuretan nguyên khối, trong đó chất tiền trùng hợp trên cơ sở polyesterol được trộn với thành phần polyol trên cơ sở polyeterol. Nhược điểm

của hệ polyuretan được sản xuất theo cách này là khả năng không tương hợp của polyesterol và polyeterol, đặc biệt là ở tỷ trọng thấp, ảnh hưởng bất lợi đến các tính chất cơ học và không thể ngăn được hiện tượng co của xốp polyuretan nguyên khối.

Các phương pháp thích hợp khác được mô tả trong tài liệu kỹ thuật là sử dụng polyol polyme hoặc polyol ghép. Do đó, EP 1 042 384 mô tả phương pháp sản xuất để giảm ổn định về kích thước, tỷ trọng thấp trên cơ sở polyeterol bằng cách sử dụng một lượng lớn các polyete polyol ghép. Nhược điểm của phương pháp này là để giảm có tính chất cơ học kém hơn đáng kể so với để giảm trên cơ sở polyesterol. Hơn nữa, polyme polyeterol có mặt với tỷ lệ cao sẽ ảnh hưởng bất lợi đối với độ nhớt của thành phần polyol.

Việc sử dụng polyme polyol trên cơ sở polyesterol trong polyeste polyuretan được mô tả trong EP 1 790 675 và EP 1 756 187. Do một lượng lớn polyme của polyeste polyol tạo ra độ nhớt cao hơn nên các hệ này rất khó để xử lý. Hơn nữa, EP 1 790 675 và EP 1 756 187 bộc lộ việc sử dụng polyme polyol trên cơ sở polyeterol trong các hệ polyesterol polyuretan. Như được thể hiện trong ví dụ so sánh của các tài liệu này, việc sử dụng polyme polyeterol làm cho xốp nguyên khối có bề mặt không như mong muốn và cấu trúc lỗ xốp thô. Hơn nữa, việc sử dụng polyme polyol sẽ làm tăng độ nhớt của các thành phần và khiến việc trộn các thành phần và phun hỗn hợp phản ứng vào khuôn trở nên khó khăn hơn. Ngoài ra, polyme polyol thường đắt hơn so với polyeterol hoặc polyesterol.

EP 0 582 385 mô tả hệ phản ứng bao gồm 1) chế phẩm polyisoxyanat có giá trị NCO tự do nằm trong khoảng từ 15 đến 25% khối lượng mà là sản phẩm phản ứng của polyisoxyanat hữu cơ dư và polyete polyol có độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 6, khối lượng phân tử nằm trong khoảng từ 2000 đến 6000 và hàm lượng EO nằm trong khoảng từ 20 đến 35% khối lượng; 2) polyol là polyeste polyol có độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 3 và khối lượng phân tử nằm trong khoảng từ 750 đến 4000; và 3) nước. Các vật đúc từ polyuretan theo EP 582385 có thể vẫn cần phải cải thiện các tính chất cơ học cũng như độ ổn định về kích thước và chất lượng bề mặt, đặc biệt là ở các phần lớn hơn ví dụ giảm nứt cao gót.

EP 358328 bộc lộ chế phẩm isoxyanat chứa từ 10 đến 90 phần khối lượng của chất tiền trùng hợp isoxyanat trên cơ sở polyeste có độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 2,3 và được làm từ polyeste polyol có khối lượng phân tử nằm trong khoảng từ 1000 đến 10000, và từ 10 đến 90 phần khối lượng của polyete trên cơ sở chất tiền trùng hợp isoxyanat có độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 2,3 và được làm từ polyete polyol có khối lượng phân tử nằm trong khoảng từ 1000 đến 10000 và hàm lượng của etylen oxit nằm trong khoảng từ 3 đến 50% khối lượng, giá trị NCO tự do của chế phẩm chất tiền trùng hợp nằm trong khoảng từ 8 đến 25%. Các vật đúc từ polyuretan theo EP 358328 vẫn cần phải cải thiện các tính chất cơ học cũng như độ ổn định về kích thước, đặc biệt ở các phần lớn hơn, ví dụ giày nữ cao gót.

CN101486788 mô tả phương pháp sản xuất xốp polyuretan có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,5 g/cm³, bao gồm bước cho thành phần polyol chứa polyeste polyol phản ứng với chất tiền trùng hợp polyisoxyanat chứa từ 65 đến 75% khối lượng polyisoxyanat, từ 15 đến 30% khối lượng polyeste và từ 0 đến 15% khối lượng polyete polyol, tốt hơn nếu PO/EO polyol có độ chức nằm trong khoảng từ 2 đến 4 và Mw bằng từ 500 đến 6000. Ngoài ra, các vật đúc từ polyuretan theo CN101486788 vẫn cần phải cải thiện các tính chất cơ học cũng như độ ổn định về kích thước, đặc biệt ở các phần lớn hơn, ví dụ giày nữ cao gót.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất vật đúc xốp polyuretan có tỷ trọng thấp hơn 500 g/l, và độ ổn định về kích thước hoàn hảo mà không co ngót và chất lượng bề mặt hoàn hảo. Mục đích khác của sáng chế là đề xuất hỗn hợp phản ứng để thu được các vật đúc từ polyuretan này từ các nguyên liệu rẻ tiền và có độ nhớt thấp và có thể trộn dễ dàng.

Mục đích này đạt được nhờ vật đúc xốp polyuretan có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 200 đến 500 g/dm³, thu được bằng quy trình trong đó: (a) chất tiền trùng hợp polyisoxyanat hữu cơ có thể thu được bằng phản ứng của ít nhất một polyisoxyanat (a1), ít nhất một polyesterol thứ nhất (a2) và ít nhất một polyeterol (a3) thu được từ phản ứng alkoxyl hóa của phân tử gốc với alkylenoxit bao gồm etylen oxit

trong đó polyeterol (a3) có số mg hydroxyl nằm trong khoảng từ 20 đến 65 mg KOH/g, khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 2000 đến 6000, độ chức nằm trong khoảng từ 1,7 đến 3,0 và hàm lượng của các đơn vị etylenoxit nằm trong khoảng từ 13 đến 30% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của polyeterol (a3) và trong đó hàm lượng của polyeterol (a3), tính theo tổng khối lượng của chất tiền trùng hợp polyisoxyanat hữu cơ (a), nằm trong khoảng từ 3 đến 15% khối lượng, được trộn với: (b) ít nhất một polyesterol thứ hai, (c) chất tạo bọt và tùy ý (d) chất kéo dài mạch và/hoặc chất liên kết ngang, (e) chất xúc tác và (f) chất phụ trợ và/hoặc chất phụ gia khác để tạo ra hỗn hợp phản ứng, hỗn hợp phản ứng này được đưa vào khuôn và được để phản ứng để tạo ra vật đúc xốp polyuretan. Sáng chế còn đề cập đến vật đúc xốp polyuretan thu được từ quy trình theo sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Đối với các mục đích của sáng chế, vật đúc xốp polyuretan là các xốp polyuretan được tạo ra trong khuôn. Tổng tỷ trọng của xốp này được tính trung bình của lõi và vùng bên ngoài tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ > 80 g/l đến 500 g/l, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 150 g/l đến 450 g/l, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 200 g/l đến 350 g/l và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 250 g/l đến 300 g/l.

Chất tiền trùng hợp isoxyanat hữu cơ (a) thu được từ phản ứng của isoxyanat hữu cơ (a1) một polyesterol thứ nhất (a2) và ít nhất một polyeterol (a3). Các isoxyanat hữu cơ (a1) được sử dụng để sản xuất vật đúc xốp polyuretan theo sáng chế bao gồm các isoxyanat hai chức hoặc đa chức béo, xycloaliphatic và thơm đã biết trong lĩnh vực về polyuretan và cả hỗn hợp bất kỳ của chúng. Các ví dụ về 4,4'-metandi(phenyl diisoxyanat), 2,4'-metandi(phenyl diisoxyanat), hỗn hợp của metandi(phenyl isoxyanat) monome và các chất đồng đẳng của metandi(phenyl diisoxyanat) có số lượng vòng nhiều hơn (MDI polyme), tetrametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat (HDI), isophoron diisoxyanat (IPDI), tolylen 2,4 hoặc 2,6-diisoxyanat (TDI) hoặc hỗn hợp của các isoxyanat được đề cập.

Được ưu tiên theo sáng chế là việc sử dụng 4,4'-MDI. Tốt hơn nếu 4,4'-MDI được sử dụng có thể chứa 2,4'-MDI với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 20% khối lượng và các lượng nhỏ, lên đến khoảng 10% khối lượng, của polyisoxyanat được cải biến bằng alophanat hoặc uretonimin. Cũng thích hợp khi sử dụng polyphenylen-polymetylen polyisoxyanat (MDI polyme) với lượng nhỏ. Tổng lượng của các polyisoxyanat có độ chức cao này không nên vượt quá 5% khối lượng isoxyanat được sử dụng.

Đối với polyesterol thứ nhất (a2), có thể sử dụng polyesterol thường sử dụng trong lĩnh vực hóa học polyuretan. Polyesterol thứ nhất (a2) có thể được điều chế, ví dụ, từ axit dicarboxylic hữu cơ có từ 2 đến 12 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu axit dicarboxylic béo có từ 4 đến 6 nguyên tử cacbon, và polyol, tốt hơn nếu là diol, có từ 2 đến 12 nguyên tử cacbon, tốt hơn nếu từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon. Axit dicarboxylic thích hợp, ví dụ: là axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit suberic, axit azelaic, axit sebacic, axit decandicarboxylic, axit maleic, axit fumaric, axit phthalic, axit isophthalic và axit terephthalic. Axit dicarboxylic có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc kết hợp với nhau. Cũng thích hợp khi sử dụng các dẫn xuất của axit carboxylic tương ứng, ví dụ este của axit dicarboxylic của rượu có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon hoặc anhydrit dicarboxylic, thay vì axit dicarboxylic tự do. Được ưu tiên theo sáng chế là việc sử dụng hỗn hợp axit dicarboxylic của axit succinic, glutaric và adipic với tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ, ví dụ, 20 đến 35: 35 đến 50: 20 đến 32, và cụ thể là axit adipic. Các ví dụ về rượu dihydric và polyol, cụ thể là diol, là: etandiol, dietylen glycol, 1,2 hoặc 1,3-propandiol, dipropylen glycol, 1,4-butandiol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 1,10-decandiol, glyxerol và trimetylolpropan. Được ưu tiên theo sáng chế là việc sử dụng etandiol, dietylen glycol, 1,4-butandiol, glyxerol, 1,5-pentandiol và 1,6-hexandiol. Cũng thích hợp để sử dụng các polyeste polyol thu được từ lacton, ví dụ ϵ -caprolacton, hoặc axit hydroxycarboxylic, ví dụ axit ω -hydroxycaproic.

Để điều chế polyeste polyol, chất hữu cơ, ví dụ các dẫn xuất của axit polycarboxylic và/hoặc axit polycarboxylic thơm và tốt hơn là béo và polyol có thể được đa trùng ngưng khi không có mặt các chất xúc tác hoặc tốt hơn là có mặt các chất xúc

tác este hóa, thuận lợi hơn trong không khí chứa khí trơ như nitơ, cacbon monoxit, heli, argon, v.v., khi nóng chảy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150 đến 250°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 180 đến 220°C, tùy ý dưới áp suất giảm, với số lượng axit mong muốn, tốt hơn nếu nhỏ hơn 10, đặc biệt tốt hơn nếu nhỏ hơn 2. Theo một phương án được ưu tiên, hỗn hợp este hóa được đa trùng ngưng ở nhiệt độ được đề cập ở trên với số lượng axit nằm trong khoảng từ 80 đến 30, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 40 đến 30, dưới áp suất khí quyển và sau đó dưới áp suất nhỏ hơn $5 \cdot 10^4$ Pa (500 mbar), tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ $5 \cdot 10^3$ Pa (50 mbar) đến $15 \cdot 10^3$ Pa (150 mbar). Các chất xúc tác este hóa thích hợp là, ví dụ, chất xúc tác sắt, catmi, coban, chì, kẽm, antimon, magie, titan và thiếc dưới dạng kim loại, oxit kim loại hoặc muối kim loại. Tuy nhiên, phản ứng đa trùng ngưng cũng có thể được thực hiện trong pha lỏng với sự có mặt của các chất pha loãng và/hoặc chất cuốn theo như benzen, toluen, xylen hoặc clobenzen để chưng cất đồng sôi nước ngưng tụ. Để điều chế polyeste polyol, các dẫn xuất của axit polycarboxylic và/hoặc axit polycarboxylic hữu cơ và polyol có lợi là được đa trùng ngưng ở tỷ lệ mol nằm trong khoảng từ 1:1 đến 1,8, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1:1,05 đến 1,2.

Các polyeste polyol thu được tốt hơn nếu có độ chức nằm trong khoảng từ 1,8 đến 4, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1,9 đến 3, thậm trí tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1,95 đến 2,7, và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 1,95 đến 2,3 và khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 480 đến 3000 g/mol, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1000 đến 3000 g/mol, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1500 đến 2500 g/mol và cụ thể là nằm trong khoảng từ 1800 đến 2300 g/mol.

Polyeterol (a3) được điều chế bằng các quy trình đã biết, ví dụ bằng phản ứng polyme hóa anion với hydroxit kim loại kiềm hoặc alcoholat kim loại kiềm làm các chất xúc tác và bằng việc bổ sung ít nhất một chất khơi mào chứa từ 2 đến 6, tốt hơn nếu chứa từ 2 đến 4, tốt hơn nữa nếu chứa từ 2 đến 3 nguyên tử hydro được liên kết phản ứng đối với các nhóm isoxyanat với mỗi phân tử, hoặc bằng phản ứng polyme hóa cation bằng các axit Lewis, như antimon pentaclorua hoặc bo fluorua eterat, từ một hoặc nhiều alkylen oxit có từ 2 đến 4 nguyên tử cacbon trong gốc alkylen. Alkylen oxit thích hợp, ví dụ, là tetrahydrofuran, 1,3-propylen oxit, 1,2 hoặc 2,3-

butylen oxit và tốt hơn là etylen oxit và 1,2-propylen oxit. Hơn nữa, các hợp chất xyanua đa kim loại, được gọi là các chất xúc tác DMC, cũng có thể được sử dụng làm các chất xúc tác. Alkylen oxit có thể được sử dụng riêng lẻ, nói cách khác là lần lượt hoặc dưới dạng hỗn hợp, nhờ đó polyeterol (a3) chứa các đơn vị etylenoxit nằm trong khoảng từ 13 đến 30% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 15 đến 25% khối lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 18 đến 22% khối lượng tính theo tổng khối lượng của polyeterol (a3). Hỗn hợp chứa 1,2-propylen oxit và etylen oxit được ưu tiên trong đó alkylenoxit tốt hơn nếu là khối chọn lọc được ứng dụng, tốt hơn nếu có dạng khối etylen oxit cuối cùng ("mũ EO") với mục đích là polyol tạo thành có nhiều hơn 70% các nhóm OH bậc một cuối cùng.

Nước hoặc rượu dihydric hoặc trihydric, như etylen glycol, 1,2 và 1,3-propandiol, dietylen glycol, dipropylen glycol, 1,4-butandiol, glyxerol hoặc trimetylpropan, tốt hơn nếu là etylen glycol, 1,2 và 1,3-propandiol, dietylen glycol, dipropylen glycol, tripropylen glycol và 1,4-butandiol, thích hợp làm phân tử chất khơi mào.

Polyetepolyol, tốt hơn là polyoxypropylenpolyoxyetylenpolyol, có độ chức trung bình nằm trong khoảng từ 1,7 đến 3,0, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1,7 đến 2,7 và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1,8 đến 2,5 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 2,0 đến 2,5 và khối lượng phân tử nằm trong khoảng từ 2000 đến 6000 g/mol và tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 3000 đến 5500 g/mol và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 4000 đến 5500 g/mol và có giá trị OH tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 20 đến 65 mg KOH/g và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 22 đến 35 mg KOH/g và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 25 đến 30 mg KOH/g.

Để thu được các chất tiền trùng hợp polyisoxyanat (a) các polyisoxyanat được mô tả ở trên (a1) được phản ứng ở lượng dư theo hệ số tỷ lệ, ví dụ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C, tốt hơn nếu bằng khoảng 80°C, với polyesterol (a2) và polyeterol (a3) để tạo ra chất tiền trùng hợp. Nói chung chất tiền trùng hợp polyisoxyanat tạo thành có hàm lượng NCO tự do nằm trong khoảng từ 12 đến 32, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 15 đến 30, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 18 đến 28 và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 20 đến 25. Liên quan đến sáng chế,

về cơ bản hàm lượng của polyeterol (a3), tính theo tổng khối lượng của chất tiền trùng hợp polyisoxyanat (a) nằm trong khoảng từ 3 đến 15% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 3 đến 10% khối lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 3 đến 7% khối lượng.

Theo sáng chế, không cần thiết để polyisoxyanat (a) chứa các hạt được phân tán bất kỳ, đặc biệt là polyme polyol bất kỳ. Tuy nhiên thích hợp để bổ sung các lượng nhỏ polyme polyol vào thành phần (a). Theo một phương án được ưu tiên theo sáng chế polyisoxyanat (a) không chứa các hạt phân tán bất kỳ.

Đối với polyeste polyol thứ hai (b) bao gồm tất cả các polyesterol thường được sử dụng trong ngành hóa học polyuretan. Tốt hơn nếu dưới dạng các polyestepolyol (b) polyestepolyol như được mô tả ở trên dưới phần (a2) có thể được sử dụng. Polyesterol (a2) thứ nhất và polyesterol thứ hai (b) có thể giống hoặc khác nhau và theo một phương án được ưu tiên theo sáng chế là polyesterol tương tự.

Theo sáng chế, không nhất thiết polyesterol (b) thứ hai phải bao gồm các hạt phân tán bất kỳ, đặc biệt là polyme polyol bất kỳ. Tuy nhiên, có thể bổ sung các lượng nhỏ polyme polyol vào thành phần (b). Theo một phương án được ưu tiên theo sáng chế, polyestepolyol (b) thứ hai không chứa các hạt phân tán bất kỳ. Ngoài polyestepolyol (b) chế phẩm phản ứng có thể chứa thêm polyol đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật. Theo sáng chế các polyol khác là các hợp chất có ít nhất hai nguyên tử hydro phản ứng đối với các nhóm isoxyanat trên mỗi phân tử và có khối lượng phân tử ít nhất là 500 g/mol. Theo một phương án được ưu tiên theo sáng chế, hỗn hợp phản ứng không chứa các polyol bất kỳ ngoài các hợp chất (a2), (a3) và (b).

Hơn nữa, chất tạo bọt c) có trong quy trình sản xuất các vật đúc xốp polyuretan. Các chất tạo bọt c) này có thể chứa nước. Ngoài nước, các chất hoạt động vật lý và/hoặc hóa học thường được biết đến cũng có thể được sử dụng làm các chất tạo bọt c). Đối với các mục đích của sáng chế, các chất tạo bọt hóa học là các hợp chất mà phản ứng với isoxyanat để tạo thành các sản phẩm dạng khí, ví dụ nước hoặc axit formic. Các chất tạo bọt vật lý là các hợp chất được hòa tan hoặc được nhũ hóa trong nguyên liệu để sản xuất polyuretan và bay hơi dưới các điều kiện tạo thành polyuretan. Ví dụ, các chất này là hydrocacbon, hydrocacbon được halogen hóa và

các hợp chất khác, ví dụ alkan được perflo hóa như perflohexan, cloflocacbon và ete, este, keton, axetal hoặc hỗn hợp của chúng, ví dụ hydrocacbon (xyclo)aliphatic có 4 đến 8 nguyên tử cacbon hoặc hydrocacbon được flo hóa như Solkane® 365 mfc từ Solvay Fluorides LLC. Theo một phương án được ưu tiên, hỗn hợp chứa ít nhất một trong các chất tạo bọt này và nước được sử dụng làm chất tạo bọt; cụ thể, nước chỉ được sử dụng làm chất tạo bọt. Nếu không có nước chỉ được sử dụng làm chất tạo bọt, thì ưu tiên sử dụng các chất tạo bọt vật lý riêng.

Theo một phương án được ưu tiên, hàm lượng nước nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,2 đến 1,5% khối lượng, cụ thể tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1,2% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các thành phần từ b) đến f).

Theo một phương án được ưu tiên khác, các vi cầu rỗng chứa chất tạo bọt vật lý được bổ sung vào dưới dạng chất tạo bọt bổ sung trong phản ứng của các thành phần từ a) đến f). Các vi cầu rỗng cũng có thể được sử dụng trong hỗn hợp với các chất tạo bọt được đề cập ở trên.

Các vi cầu rỗng thường chứa vỏ polyme dẻo nhiệt và được độn trong lõi bằng chất lỏng, chất có độ sôi thấp trên cơ sở alkan. Việc sản xuất các vi cầu rỗng như vậy được mô tả, ví dụ, trong US 3 615 972. Các vi cầu rỗng thường có đường kính nằm trong khoảng từ 5 đến 50 μm . Các ví dụ về các vi cầu rỗng thích hợp có thể thu được dưới tên thương mại Expancell® từ Akzo Nobel.

Các vi cầu rỗng thường được bổ sung vào với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 5% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các thành phần b), c) và d).

Đối với các chất kéo dài mạch và/hoặc chất liên kết ngang d), sử dụng các chất có khối lượng phân tử tốt hơn nếu nhỏ hơn 500 g/mol, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 60 đến 400 g/mol, với chất kéo dài mạch có 2 nguyên tử hydro mà phản ứng theo hướng isoxyanat và chất liên kết ngang có 3 nguyên tử hydro mà phản ứng theo hướng isoxyanat. Các chất này tốt hơn nếu được sử dụng riêng rẽ hoặc dưới dạng hỗn hợp. Được ưu tiên theo sáng chế là việc sử dụng diol và/hoặc triol có khối lượng phân tử nhỏ hơn 400, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 60 đến 300 và cụ thể là nằm trong khoảng từ 60 đến 150. Các chất kéo dài mạch/chất liên kết ngang

thích hợp, ví dụ, các diol béo, xycloaliphatic và/hoặc araliphatic có 2 đến 14, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 2 đến 10, nguyên tử cacbon, ví dụ etylen glycol, 1,3-propanđiol, 1,10-decandiol, 1,2, 1,3, 1,4-dihydroxycyclohexan, dietylen glycol, dipropylen glycol và 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol và bis(2-hydroxy-etyl)hydroquinon, triol, như 1,2,4, 1,3,5-trihydroxycyclohexan, glyxerol và trimetylolpropan, và polyalkylen oxit trên cơ sở etylen oxit và/hoặc 1,2-propylen oxit chứa hydroxyl có khối lượng phân tử thấp và diol và/hoặc triol được đề cập ở trên là các phân tử gốc. Được ưu tiên đặc biệt theo sáng chế là việc sử dụng monoetylen glycol, 1,4-butandiol, glyxerol hoặc hỗn hợp của chúng làm chất kéo dài mạch d).

Nếu chất kéo dài mạch, chất liên kết ngang hoặc hỗn hợp của chúng được sử dụng, chúng được sử dụng thuận lợi với lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 60% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1,5 đến 50% khối lượng và cụ thể là nằm trong khoảng từ 2 đến 40% khối lượng, tính trên khối lượng của các thành phần b) và d).

Là các chất xúc tác e) để sản xuất xốp polyuretan, ưu tiên sử dụng các hợp chất mà thúc đẩy mạnh phản ứng của các polyol b) và tùy ý các chất kéo dài mạch và chất liên kết ngang d) với polyisoxyanat hữu cơ, được cải biến tùy ý a). Có thể đề cập đến bằng ví dụ về amidin như 2,3-dimetyl-3,4,5,6-tetrahydropyrimidin, amin bậc ba như trietylamin, tributylamin, dimetylbenzylamin, N-metylmorpholin, N-etylmorpholin, N-xyclohexylmorpholin, N,N,N',N'-tetrametyletylenđiamin, N,N,N',N'-tetrametylbutandiamin, N,N,N',N'-tetrametylhexandiamin, pentametyldietylentriamin, bis(dimetylaminooetyl) ete, bis(dimetylaminopropyl)ure, dimetylpi-perazin, 1,2-dimetylimidazol, 1-azabixyclo[3.3.0]octan và tốt hơn nếu là các hợp chất 1,4-diazabixyclo[2.2.2]octan và alkanolamin như trietanolamin, triisopropanolamin, N-metyldietanolamin và N-etyldietanolamin và dimetyletanolamin. Các hợp chất thích hợp khác là các hợp chất kim loại hữu cơ, tốt hơn nếu là các hợp chất thiếc hữu cơ như muối thiếc(II) của các axit carboxylic hữu cơ, ví dụ thiếc(II) axetat, thiếc(II) octoat, thiếc(II) etylhexanoat và thiếc(II) laurat, và muối dialkyltin(IV) của axit carboxylic hữu cơ, ví dụ dibutyltin diaxetat, dibutyltin dilaurat, dibutyltin maleat và dioctyltin diaxetat, và cũng là bismut carboxylat như bismut(III) neodecanoat,

bismut 2-ethylhexanoat và bismut octanoat, hoặc hỗn hợp của chúng. Các hợp chất kim loại hữu cơ có thể được sử dụng một mình hoặc tốt hơn là kết hợp với các amin bazơ mạnh. Nếu thành phần b) là este, thì ưu tiên sử dụng các chất xúc tác amin riêng.

Được ưu tiên theo sáng chế là việc sử dụng từ 0,001 đến 5% khối lượng, cụ thể là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 2% khối lượng, của chất xúc tác hoặc hỗn hợp chất xúc tác, tính trên khối lượng của thành phần b).

Nếu thích hợp, chất phụ trợ và/hoặc chất phụ gia f) có thể được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng để sản xuất xốp polyuretan. Có thể đề cập đến bằng ví dụ về các chất có hoạt tính bề mặt, chất ổn định xốp, các chất điều hòa lỗ xốp, chất tháo khuôn khác, chất độn, thuốc nhuộm, chất màu, chất ức chế sự thủy phân, chất hấp thụ mùi và các chất kháng nấm và/hoặc chất kìm hãm vi khuẩn.

Các chất hoạt động bề mặt có thể có, ví dụ, là các hợp chất thích hợp để hỗ trợ sự đồng nhất hóa các nguyên liệu và cũng tùy ý thích hợp để điều hòa cấu trúc lỗ xốp. Có thể đề cập đến bằng ví dụ về các chất nhũ hóa như các muối natri của sulfat dầu thầu dầu hoặc axit béo và cả các muối của axit béo với amin, ví dụ diethylamin oleat, dietanolamin stearat, dietanolamin rixinoleat, muối của các axit sulfonic, ví dụ muối amoni hoặc muối kim loại kiềm của axit dodexylbenzensulfonic hoặc dinaph-tylmetandisulfonic, và axit rixinoleic; chất ổn định xốp như copolyme siloxan-oxy-alkylen và các polysiloxan hữu cơ khác là sản phẩm có sẵn dưới tên thương mại Dabco® 193, có sẵn từ Air Products hoặc Tegostab® B8905, có sẵn từ Evonik, alkylphenol được etoxy hóa, rượu béo được etoxy hóa, dầu parafin, este của dầu thầu dầu hoặc este của axit rixinoleic, dầu đỏ Turkey và dầu lạc, và các chất điều hòa bọt như parafin, rượu béo và dimethylpolysiloxan. Các acrylat oligome có các gốc poly-oxyalkylen và floalkan làm các nhóm bên cũng thích hợp để cải thiện tác dụng nhũ hóa, cấu trúc bọt và/hoặc ổn định xốp. Tốt hơn nếu sử dụng các chất hoạt động bề mặt trên cơ sở polysiloxan, đặc biệt là các sản phẩm có sẵn dưới tên thương mại Dabco® 193 hoặc Tegostab® B8905. Chất hoạt động bề mặt thường được sử dụng với lượng nằm trong khoảng từ 0,3 đến 3 phần khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong

khoảng từ 0,5 đến 2 phần khối lượng và tốt nhất nếu nằm trong khoảng từ 0,8 đến 1,5 phần khối lượng, tính trên 100 phần khối lượng của thành phần b.

Đối với các chất tháo khuôn thích hợp khác, có thể đề cập đến bằng ví dụ: các sản phẩm phản ứng của este của axit béo với polyisoxyanat, muối của polysiloxan bao gồm các nhóm amino và các axit béo, muối của axit carboxylic (xyclo)aliphatic bão hòa hoặc không bão hòa có ít nhất 8 nguyên tử cacbon và amin bậc ba và, cụ thể là, cả các chất tháo khuôn bên trong như este của axit carboxylic và/hoặc carboxamit được điều chế bằng phản ứng este hóa hoặc amin hóa hỗn hợp của axit montanic và ít nhất một axit carboxylic béo có ít nhất 10 nguyên tử cacbon với ít nhất một alkanolamin hai chức, polyol và/hoặc polyamin có khối lượng phân tử nằm trong khoảng từ 60 đến 400 g/mol, như được bộc lộ, ví dụ, trong EP 153 639, hỗn hợp của các amin hữu cơ, muối kim loại của axit stearic và axit monocarboxylic và/hoặc dicarboxylic hữu cơ hoặc anhydrit của chúng, như được bộc lộ, ví dụ, trong DE-A-3 607 447, hoặc hỗn hợp của hợp chất imino, muối kim loại của axit carboxylic và, nếu thích hợp, là axit carboxylic, như được bộc lộ, ví dụ, trong US 4 764 537. Hỗn hợp phản ứng theo sáng chế tốt hơn nếu không chứa các chất tháo khuôn khác.

Chất độn, cụ thể là các chất độn để gia cố, là các chất độn hữu cơ và vô cơ thông thường, vật liệu gia cố, chất gia trọng, chất phủ, v.v., về cơ bản đã biết. Các ví dụ cụ thể có thể được đề cập đến là: các chất độn vô cơ như khoáng silic, ví dụ silicat tấm như antigorit, bentonit, serpentin, honblen, amphibol, chrysotil và đá talc, các oxit kim loại như cao lanh, nhôm oxit, titan oxit, kẽm oxit và sắt oxit, muối kim loại như đá phấn và barit, và chất màu vô cơ như catmi sulfua, kẽm sulfua và cả thủy tinh, v.v.. Được ưu tiên theo sáng chế là việc sử dụng cao lanh (đất sét sứ), nhôm silicat và các đồng kết tủa của bari sulfat và nhôm silicat. Các chất độn hữu cơ thích hợp, ví dụ: là cacbon đen, melamin, nhựa thông, nhựa xyclopentadienyl và polyme ghép và cả các sợi xenluloza, sợi polyamit, sợi polyacrylonitril, sợi polyuretan, sợi polyeste trên cơ sở este của axit dicarboxylic thơm và/hoặc béo và cụ thể là các sợi cacbon.

Các chất độn hữu cơ và vô cơ có thể được sử dụng riêng lẻ hoặc dưới dạng hỗn hợp thuận lợi được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng với lượng nằm trong khoảng từ

0,5 đến 50% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1 đến 40% khối lượng, tính trên khối lượng của các thành phần từ a) đến d).

Sáng chế còn đề xuất quy trình sản xuất vật đúc xốp polyuretan trong các thành phần từ a) đến c) và tùy ý d), e) và/hoặc f) được trộn với nhau với lượng mà tỷ lệ tương đương giữa các nhóm NCO của polyisoxyanat (a) và tổng của các nguyên tử hydro phản ứng của các thành phần (b), (c) và (d) nằm trong khoảng từ 1:0,8 đến 1:1,25, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1:0,9 đến 1:1,15.

Các vật đúc xốp polyuretan theo sáng chế tốt hơn nếu được sản xuất bằng quy trình ngắn hạn bằng kỹ thuật áp suất thấp hoặc áp suất cao trong các vật đúc được bịt kín, được gia nhiệt có lợi. Các vật đúc này thường bao gồm kim loại, ví dụ, nhôm hoặc thép. Các quy trình này được mô tả, ví dụ, bằng Piechota and Röhr trong "Integralschaumstoff", Carl-Hanser-Verlag, Munich, Vienna, 1975, hoặc trong "Kunststoff-handbuch", Volume 7, Polyurethane, 3rd Edition, 1993, Chapter 7.

Các thành phần ban đầu từ a) đến f) dùng cho mục đích này tốt hơn nếu được trộn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15 đến 90°C, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 25 đến 55°C, và hỗn hợp phản ứng được đưa vào, tùy ý dưới áp suất siêu khí quyển, vào khuôn. Việc trộn có thể được thực hiện cơ học bằng thìa khuấy hoặc đình vít khuấy hoặc dưới áp suất cao trong quy trình tiêm dòng ngược. Nhiệt độ đúc thuận lợi nằm trong khoảng từ 20 đến 160°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 30 đến 120°C, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 30 đến 60°C. Đối với các mục đích của sáng chế, hỗn hợp của các thành phần từ a) đến f) ở các phản ứng ngược nhỏ hơn 90%, trên cơ sở các nhóm isoxyanat, được đề cập đến dưới dạng hỗn hợp phản ứng.

Lượng hỗn hợp phản ứng được đưa vào khuôn được tính để cho các vật đúc thu được có tỷ trọng tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 200 g/dm³ đến 500 g/dm³, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 250 g/dm³ đến 350 g/dm³. Mức độ đặc để sản xuất xốp polyuretan nguyên khối theo sáng chế nằm trong khoảng từ 1,1 đến 8,5, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1,7 đến 7,0.

Vật đúc xốp polyuretan theo sáng chế tốt hơn nếu được sử dụng làm đế giày, ví dụ dùng cho dép lê, giày dạo phố, giày thể thao, và giày ống. Cụ thể, xốp

polyuretan theo sáng chế được sử dụng làm vật liệu đế giày của dép lê và giày nữ cao gót. Độ dày của đế giày tại điểm dày nhất tốt hơn nếu cao hơn 3 cm, đặc biệt tốt hơn nếu cao hơn 5 cm. Hơn nữa, xốp polyuretan theo sáng chế có thể được sử dụng trong nội thất của xe cộ, ví dụ làm vô lăng trong ô tô, gối đỡ đầu hoặc cần gạt số hoặc làm hộp tỳ tay. Xốp polyuretan cũng thích hợp làm hộp tỳ tay dùng cho ghế hoặc làm yên xe máy.

Sáng chế được minh họa dưới đây bằng các ví dụ.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Nguyên liệu được sử dụng:

Polyol 1: Polyeterol trên cơ sở glyxerol, propylen oxit và etylen oxit và có hàm lượng etylen oxit bằng 73% khối lượng, số lượng nhóm OH bằng 42 mg KOH/g và độ nhớt bằng 950 mPas ở nhiệt độ 25°C.

Polyol 2: Polyeterol trên cơ sở glyxerol, propylen oxit và etylen oxit và có hàm lượng etylen oxit bằng 11% khối lượng, số lượng nhóm OH bằng 56 mg KOH/g và độ nhớt bằng 475 mPas ở nhiệt độ 25°C.

Polyol 3: Polyeterol trên cơ sở glyxerol, propylen oxit và etylen oxit và có hàm lượng etylen oxit bằng 21% khối lượng, số lượng nhóm OH bằng 27 mg KOH/g và độ nhớt bằng 1225 mPas ở nhiệt độ 25°C.

Polyol 4: Polyesterol trên cơ sở axit adipic, monoetylen glycol, dietylen glycol và glyxerol và có số lượng nhóm OH bằng 60 mg KOH/g và độ nhớt bằng 1150 mPas ở nhiệt độ 75°C.

Polyol 5: Polyesterol trên cơ sở hỗn hợp của axit succinic, axit glutaric và axit adipic, monoetylen glycol và glyxerol và có số lượng nhóm OH bằng 58 mg KOH/g và độ nhớt bằng 430 mPas ở nhiệt độ 100°C.

Polyol 6: Polyesterol trên cơ sở axit adipic, monoetylen glycol, dietylen glycol và có số lượng nhóm OH bằng 56 mg KOH/g và độ nhớt bằng 525 mPas ở nhiệt độ 75°C.

Polyol 7: Polyesterol trên cơ sở hỗn hợp của axit succinic, axit glutaric và axit adipic và monoetylen glycol và có số lượng nhóm OH bằng 56 mg KOH/g và độ nhớt bằng 650 mPas ở nhiệt độ 75°C.

CE: Monoetylen glycol

CL: Trietylendiamin được hòa tan trong monoetylen glycol

Stabi: Dabco® DC 193 từ Air Products

ISO 1: MDI Monome

ISO 2: MDI Monome, bao gồm khoảng 25% khối lượng MDI monome được cải biến carbodiimit

Điều chế các chất tiền trùng hợp:

Chất tiền trùng hợp 1:

1004,95g ISO 1, 90g ISO 2 và 0,045g Benzoylclorua được đưa vào bình 4 cổ 2l có bố trí cửa nạp khí nitơ, thìa khuấy, bình ngưng và phễu nhỏ giọt và được gia nhiệt đến nhiệt độ khoảng 60°C. Ở nhiệt độ 60°C, 405 g Polyol 4 được bổ sung từ từ trong khoảng thời gian 15 phút và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2 giờ nữa. Chất tiền trùng hợp thu được có hàm lượng NCO bằng 23,0%.

Chất tiền trùng hợp P2:

1004,95g ISO 1, 90g ISO 2 và 0,045g Benzoylclorua được đưa vào bình 4 cổ 2l có bố trí cửa nạp khí nitơ, thìa khuấy, bình ngưng và phễu nhỏ giọt và được gia nhiệt đến nhiệt độ khoảng 60°C. Ở nhiệt độ 60°C, 101,25g polyol 1 và 303,75g polyol 4 được bổ sung từ từ trong khoảng thời gian 15 phút và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2 giờ nữa. Chất tiền trùng hợp thu được có hàm lượng NCO bằng 23,0%.

Chất tiền trùng hợp P3:

1004,95g ISO 1, 90g ISO 2 và 0,045g Benzoylclorua được đưa vào bình 4 cổ 2l có bố trí cửa nạp khí nitơ, thìa khuấy, bình ngưng và phễu nhỏ giọt và được gia nhiệt đến nhiệt độ khoảng 60°C. Ở nhiệt độ 60°C, 101,25g polyol 2 và 303,75g polyol 4 được bổ sung từ từ trong khoảng thời gian 15 phút và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2 giờ nữa. Chất tiền trùng hợp thu được có hàm lượng NCO bằng 23,0%.

Chất tiền trùng hợp P4:

1004,95g ISO 1, 90g ISO 2 và 0,045g Benzoylclorua được đưa vào bình 4 cổ 2l có bố trí cửa nạp khí nitơ, thìa khuấy, bình ngưng và phễu nhỏ giọt và được gia nhiệt đến nhiệt độ khoảng 60°C. Ở nhiệt độ 60°C, 30g polyol 3 và 375g polyol 5 được bổ sung từ từ trong khoảng thời gian 15 phút và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2 giờ nữa. Chất tiền trùng hợp thu được có hàm lượng NCO bằng 23,0%.

Chất tiền trùng hợp P5:

1004,95g ISO 1, 90g ISO 2 và 0,045g Benzoylclorua được đưa vào bình 4 cổ 2l có bố trí cửa nạp khí nitơ, thìa khuấy, bình ngưng và phễu nhỏ giọt và được gia nhiệt đến nhiệt độ khoảng 60°C. Ở nhiệt độ 60°C, 101,25g polyol 3 và 303,75g polyol 4 được bổ sung từ từ trong khoảng thời gian 15 phút và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2 giờ nữa. Chất tiền trùng hợp thu được có hàm lượng NCO bằng 23,1%.

Chất tiền trùng hợp P6:

1004,95g ISO 1, 90g ISO 2 và 0,045g Benzoylclorua được đưa vào bình 4 cổ 2l có bố trí cửa nạp khí nitơ, thìa khuấy, bình ngưng và phễu nhỏ giọt và được gia nhiệt đến nhiệt độ khoảng 60°C. Ở nhiệt độ 60°C, 60g polyol 3 và 345g polyol 5 được bổ sung từ từ trong khoảng thời gian 15 phút và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2 giờ nữa. Chất tiền trùng hợp thu được có hàm lượng NCO bằng 22,9%.

Chất tiền trùng hợp P7:

1004,95g ISO 1, 90g ISO 2 và 0,045g Benzoylclorua được đưa vào bình 4 cổ 2l có bố trí cửa nạp khí nitơ, thìa khuấy, bình ngưng và phễu nhỏ giọt và được gia nhiệt đến nhiệt độ khoảng 60°C. Ở nhiệt độ 60°C, 101,25g polyol 4 và 303,75g polyol 3 được bổ sung từ từ trong khoảng thời gian 15 phút và hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 2 giờ nữa. Chất tiền trùng hợp thu được có hàm lượng NCO bằng 23,4%.

Các ví dụ sáng chế từ E1 đến E4 và các ví dụ so sánh từ C1 đến C5 được thực hiện. Đối với mục đích này, các thành phần được chỉ ra trong bảng 1 (các số liệu

tính theo phần khối lượng) được trộn với chất tiền trùng hợp isoxyanat được chỉ ra có chỉ số isoxyanat đã nêu và trong mỗi trường hợp được tạo bọt tự do lần đầu tiên và được đưa lần thứ hai vào khuôn để có chiều cao bằng 10 cm để tạo ra các vật đúc có tỷ trọng bằng 350 g/dm³. Tỷ trọng của xốp polyuretan được tạo bọt tự do theo g/l (tỷ trọng FR) cũng được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1

	C1	C2	C3	C4	C5	E1	E2	E3	E4
Polyol 5	55,92	55,92	55,92	65,9	55,92	55,92	65,92	65,9	65,75
Polyol 6	30	30	30		30	30			
Polyol 7				20			20	20	20
CE	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5
Stabi	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Nước	0,58	0,58	0,58	0,6	0,58	0,58	0,58	0,6	0,75
CL	1,1	1,1	1,1	0,9	1,1	1,1	0,9	0,9	0,9
Prepo	P1	P2	P3	P4	P7	P5	P5	P6	P6
Chỉ số	95	95	95	95	95	95	98	96	98
Tỷ trọng FR (g/dm ³)	224	225	221	193	218	221	200	197	165
Độ co	có	có	có	có	không	không	không	không	không
Chất lượng bề mặt					kém	tốt	tốt	tốt	tốt

24 giờ sau khi được sản xuất, các vật đúc được đánh giá. Cả xốp được tạo bọt tự do và vật đúc đối với mỗi ví dụ so sánh từ C1 đến C4 đều thể hiện độ co đáng kể hoặc độ co cục bộ trên bề mặt. Xốp thu được trong ví dụ so sánh C5 ổn định về kích thước và không cho thấy sự co ngót, tuy nhiên chất lượng da là da được dệt thô xấu và quan sát thấy một số rỗ kim trên bề mặt.

Cả xốp được tạo bọt tự do và vật đúc đối với các ví dụ sáng chế từ E1 đến E4 cho thấy không có dấu hiệu về sự co ngót và cấu trúc xốp vi lỗ tốt. Hơn nữa, các vật đúc có chất lượng bề mặt tốt. Các kết quả tương tự thu được ở tỷ trọng tạo khuôn bằng 270 g/dm³ với khuôn để có chiều cao gót bằng 3,5 cm.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất vật đúc xốp polyuretan có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 200 đến 500 g/dm^3 , trong đó:

a) chất tiền trùng hợp polyisoxyanat có thể thu được bằng phản ứng của ít nhất một polyisoxyanat hữu cơ (a1), ít nhất một polyesterol thứ nhất (a2) và ít nhất một polyeterol (a3) thu được từ phản ứng alkoxyl hóa phân tử gốc với alkylenoxit bao gồm etylen oxit, trong đó polyeterol (a3) có số mg hydroxyl nằm trong khoảng từ 20 đến 65 mg KOH/g, khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 2000 đến 6000, độ chức nằm trong khoảng từ 1,7 đến 3,0 và hàm lượng của các đơn vị etylenoxit nằm trong khoảng từ 13 đến 30% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của polyeterol (a3) và trong đó hàm lượng của polyeterol (a3), tính theo tổng khối lượng của chất tiền trùng hợp polyisoxyanat hữu cơ (a), nằm trong khoảng từ 3 đến 15% khối lượng,

được trộn với:

b) ít nhất một polyesterol thứ hai,

c) chất tạo bọt và tùy ý

d) chất kéo dài mạch và/hoặc chất liên kết ngang,

e) chất xúc tác và

f) chất phụ trợ và/hoặc chất phụ gia khác

để tạo thành hỗn hợp phản ứng, hỗn hợp phản ứng này được đưa vào khuôn và được để phản ứng để tạo thành vật đúc xốp polyuretan.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó chất tiền trùng hợp isoxyanat a) có hàm lượng NCO nằm trong khoảng từ 12 đến 32% khối lượng.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó polyesterol thứ nhất (a2) có độ chức nằm trong khoảng từ 1,9 đến 3, và khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 1000 đến 3000 g/mol .

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó polyesterol thứ hai (b) có độ chức nằm trong khoảng từ 1,9 đến 3 và khối lượng phân tử trung bình số nằm trong khoảng từ 1000 đến 3000 g/mol.
5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó polyesterol thứ nhất (a2) và polyesterol thứ hai (b) là giống nhau.
6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó phản ứng được thực hiện ở chỉ số isoxyanat nằm trong khoảng từ 80 đến 120.
7. Vật đúc xốp polyuretan thu được từ quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6.