



(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)



1-0027933

(51)⁷ C08G 18/80; D06M 15/564; D06M
15/277; C08L 75/04; C09D 127/12

(13) B

(21) 1-2014-01340

(22) 23/10/2012

(86) PCT/JP2012/077333 23/10/2012

(87) WO 2013/061954 A1 02/05/2013

(30) 2011-233472 25/10/2011 JP

(45) 25/04/2021 397

(43) 25/07/2014 316A

(73) Asahi Kasei Chemicals Corporation (JP)

1-105, Kanda Jinbocho, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8101 Japan

(72) MIWA, Yuichi (JP); ASAHINA, Yoshiyuki (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) THỂ PHÂN TÁN POLYISOXYANAT KHỐI TRONG NƯỚC, CHẾ PHẨM XỬ LÝ SỢI VÀ VẢI ĐƯỢC XỬ LÝ BẰNG CHẾ PHẨM NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước có độ bền của thể phân tán trong nước tuyệt vời, có thể tạo ra độ bền màng phủ cao, độ bền cơ học tuyệt vời làm chất xử lý sợi chứa flo, và có thể tạo ra sợi có tính bền giặt cao; và chế phẩm xử lý sợi chứa thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước.

Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước chứa nước và polyisoxyanat khối có ít nhất các đơn vị thành phần từ 1) đến 3) dưới đây, polyisoxyanat khối có đường kính hạt phân tán trung bình ϕ nằm trong khoảng từ 1 đến 250 nm:

1) đơn vị polyisoxyanat có ít nhất một đơn vị monome diisoxyanat được chọn từ nhóm bao gồm monome diisoxyanat béo và monome diisoxyanat vòng béo;

2) đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu; và

3) đơn vị chất tạo khối.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước, chế phẩm xử lý sợi chứa thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước, và sợi được xử lý bằng chế phẩm xử lý sợi này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất xử lý sợi được sử dụng để tạo ra các chức năng khác nhau cho sợi. Các ví dụ về chức năng này bao gồm kỵ nước và kỵ dầu để ngăn chặn sự bám dính của nước và dầu, vải tạo ra cảm giác thoải mái khi mặc, và ngăn ngừa sự biến dạng của đồ may mặc.

Trong số chúng, chế phẩm có nhựa flo có nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn đã được sử dụng làm chất xử lý sợi tạo ra tính kỵ nước. Tuy nhiên, lưu ý rằng, khi được xả vào môi trường, nhựa flo có nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn có thể phân huỷ và tạo ra axit perflooctanoic mà cần phải quan tâm vì sự tích tụ hoặc tính độc của nó. Do đó, nhiều nghiên cứu đã được tiến hành một cách tích cực để thay thế nhựa flo có nhóm perfloalkyl có 8 các nguyên tử cacbon bằng nhựa flo có nhóm perfloalkyl có 6 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn, mà không tạo ra axit perflooctanoic.

Tuy nhiên, nhựa flo có nhóm perfloalkyl có 6 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn có thể bị giảm các tính năng như tính kỵ nước sau khi giặt nhiều lần so với các nhựa flo có nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Các tính năng này cần được duy trì. Việc bổ sung polyisoxyanat khối vào chất xử lý sợi để duy trì các tính năng này được xem xét là một phương pháp (các tài liệu sáng chế từ 1 đến 7).

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn quốc tế số 2002-511507

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn quốc tế số 2006-506226

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn quốc tế số 1999-512772

Tài liệu sáng chế 4: Công bố quốc tế số WO 00/58416

Tài liệu sáng chế 5: Công bố quốc tế số WO 2012/014850

Tài liệu sáng chế 6: Công bố quốc tế số WO 97/037076

Tài liệu sáng chế 7: Đơn yêu cầu cấp patent Hoa Kỳ số 2012/0238697.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật được giải quyết bởi sáng chế

Tuy nhiên, các polyisoxyanat khối được mô tả trong các tài liệu sáng chế từ 1 đến 7 có tính phân tán trong nước không ổn định và cho độ bền màng phủ không đạt. Khi các chế phẩm xử lý sợi chứa nhựa flo được trộn trong đó bị tác dụng áp lực trượt lớn, khối kết tụ được tạo ra một cách bất lợi. Hơn nữa, vải được xử lý bằng các chế phẩm xử lý sợi trong các tài liệu sáng chế từ 1 đến 7 khó duy trì tính bền giặt cao.

Mục đích của sáng chế là đề xuất thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước có độ bền của thể phân tán trong nước tuyệt vời và có thể tạo ra độ bền màng phủ cao; chế phẩm xử lý sợi có độ bền cơ học tuyệt vời làm chất xử lý sợi chứa flo; và sợi có tính bền giặt cao.

Phương pháp giải quyết vấn đề

Kết quả thu được từ các nghiên cứu chuyên sâu, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các vấn đề nêu trên có thể được giải quyết bằng thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước có polyisoxyanat và đơn vị thành phần của hợp chất đặc hiệu và từ đó hoàn thiện sáng chế. Tức là, đối tượng của sáng chế là như sau.

[1]. Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước chứa nước và polyisoxyanat

khối có ít nhất các đơn vị thành phần từ 1) đến 3) dưới đây, polyisoxyanat khối có đường kính hạt phân tán trung bình ϕ nằm trong khoảng từ 1 đến 250 nm:

1) đơn vị polyisoxyanat có ít nhất một đơn vị monome diisoxyanat được chọn từ nhóm bao gồm monome diisoxyanat béo và monome diisoxyanat vòng béo;

2) đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu; và

3) đơn vị chất tạo khối.

[2]. Thử phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo mục [1], trong đó đường kính hạt phân tán trung bình ϕ của polyisoxyanat khối thỏa mãn công thức 1 dưới đây:

Công thức 1: $1 \leq \phi \leq 310 - 8 \times A$

trong đó A là % khối lượng đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu trong polyisoxyanat khối.

[3]. Thử phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo mục [1] hoặc [2], trong đó polyisoxyanat khối có thành phần như sau:

1) 45 đến 65% khối lượng đơn vị polyisoxyanat;

2) 15 đến 30% trọng lượng đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu; và

3) 15 đến 30% trọng lượng đơn vị chất tạo khối.

[4]. Thử phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3], trong đó đơn vị polyisoxyanat có số nhóm chức isoxyanat trung bình nằm trong khoảng từ 4 đến 20,

[5]. Thử phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4], trong đó chất tạo khối là hợp chất pyrazol.

[6]. Thử phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [5], trong đó ít nhất một monome diisoxyanat là hexametylen

diisoxyanat.

[7]. Thê phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [6], trong đó polyisoxyanat khối có đường kính hạt phân tán trung bình ϕ nằm trong khoảng từ 1 đến 80 nm.

[8]. Chế phẩm xử lý sợi chứa:

nhựa flo hầu như không chứa nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn; và

thê phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [7].

[9]. Vải được xử lý bằng chế phẩm xử lý sợi theo mục [8].

[10]. Vải được phủ bằng nhựa flo hầu như không chứa nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, trong đó góc tiếp xúc của nước/rượu isopropyl (tỷ lệ khối lượng: 1/1) sau 10 lần giặt bằng 90° hoặc lớn hơn.

[11]. Vải theo mục [10], trong đó tốc độ duy trì của góc tiếp xúc của nước/rượu isopropyl (tỷ lệ khối lượng: 1/1) sau 10 lần giặt với góc tiếp xúc của nước/rượu isopropyl (tỷ lệ khối lượng: 1/1) khi việc giặt không được thực hiện là 94% hoặc lớn hơn.

Hiệu quả của sáng chế

Thê phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo sáng chế có thể tạo ra độ bền của thê phân tán trong nước tuyệt vời của polyisoxyanat khối và màng phủ có độ bền màng phủ cao. Hơn nữa, chế phẩm xử lý sợi chứa thê phân tán trong nước có độ bền cơ học tuyệt vời. Vải được xử lý bằng chế phẩm xử lý sợi này có tính bền giặt cao.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây, các phương án theo sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết. Tuy nhiên, sáng chế không chỉ giới hạn ở đó. Các biến đổi khác nhau có thể được tạo mà không nằm ngoài phạm vi của sáng chế.

Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước

Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo sáng chế chứa nước và polyisoxyanat khối có ít nhất các đơn vị thành phần từ 1) đến 3) dưới đây. Polyisoxyanat khối có đường kính hạt phân tán trung bình ϕ nằm trong khoảng từ 1 đến 250 nm. Đường kính hạt phân tán trung bình tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 180 nm, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 80 nm. Khoảng nêu trên nhằm tạo ra độ bền của thể phân tán trong nước và độ bền cơ học tuyệt vời hơn. Ở đây, đường kính hạt phân tán trung bình là đường kính hạt phân tán trung bình theo thể tích. Cụ thể, đường kính hạt phân tán trung bình này có thể được đo bằng phương pháp được mô tả trong các ví dụ.

1) đơn vị polyisoxyanat có ít nhất một đơn vị monome diisoxyanat được chọn từ nhóm bao gồm monome diisoxyanat béo và monome diisoxyanat vòng béo;

2) đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu; và

3) đơn vị chất tạo khối.

Polyisoxyanat khối theo sáng chế chứa polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu mà là nhóm ưa nước làm đơn vị. Đường kính hạt phân tán trung bình có thể giảm với lượng của các nhóm ưa nước nhỏ hơn lượng thông thường. Đặc biệt, tốt hơn nếu đường kính hạt phân tán trung bình của polyisoxyanat khối thỏa mãn công thức 1 dưới đây. Khoảng nêu trên nhằm để cho phép đạt được cả độ ổn định của thể phân tán trong nước và độ bền màng phủ cao hơn.

Công thức 1: $1 \leq \phi \leq 310 - 8 \times A$

trong đó A là % khối lượng đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu trong polyisoxyanat khối.

Đơn vị polyisoxyanat

Polyisoxyanat khối theo sáng chế có đơn vị polyisoxyanat. Monome diisoxyanat béo và monome diisoxyanat vòng béo mà có thể được sử dụng làm

nguyên liệu đầu của polyisoxyanat không chứa vòng benzen trong cấu trúc. Monome diisoxyanat béo không bị giới hạn cụ thể. Tốt hơn, nếu monome diisoxyanat béo có 4 đến 30 các nguyên tử cacbon. Các ví dụ của nó bao gồm tetrametylen-1,4-diisoxyanat, pentametylen-1,5-diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat (HDI), 2,2,4-trimetyl-hexametylen-1,6-diisoxyanat, và lysin diisoxyanat. Diisoxyanat vòng béo không bị giới hạn cụ thể. Tốt hơn, nếu diisoxyanat vòng béo có 8 đến 30 nguyên tử cacbon. Các ví dụ của nó bao gồm isophoron diisoxyanat (IPDI), 1,3-bis(isoxyanat metyl)-xyclohexan, và 4,4'-dixyclohexylmetan diisoxyanat. Trong số chúng, HDI được ưu tiên từ quan điểm về tính chịu thời tiết và khả năng sản xuất công nghiệp. Các monome này có thể được sử dụng bằng cách kết hợp hai hoặc nhiều loại với nhau.

Các rượu một lần đến rượu sáu lần có thể được sử dụng làm nguyên liệu đầu của polyisoxyanat được sử dụng trong sáng chế ngoài monome diisoxyanat.

Các ví dụ về các rượu một lần đến rượu sáu lần (các rượu polyhydric) mà có thể được sử dụng làm nguyên liệu đầu của polyisoxyanat theo sáng chế bao gồm rượu polyhydric không được polyme hoá và rượu polyhydric được polyme hoá. Rượu polyhydric không được polyme hoá là rượu polyhydric mà không được polyme hoá. Rượu polyhydric được polyme hoá thu được bằng cách polyme hoá monome.

Các ví dụ về rượu polyhydric không được polyme hoá bao gồm các rượu một lần, các rượu hai lần, các rượu ba lần, và các rượu bốn lần. Các ví dụ về các rượu một lần bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, metanol, etanol, n-propanol, i-propanol, n-butanol, i-butanol, s-butanol, n-pentanol, n-hexanol, n-octanol, n-nonanol, 2-etylbutanol, 2,2-dimetylhexanol, 2-etylhexanol, xyclohexanol, metylxyclohexanol, và etylxyclohexanol. Các ví dụ về các rượu hai lần bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, etylen glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, propylen glycol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, 1,2-propandioli, 1,3-propandioli, 1,2-butandioli, 1,3-butandioli, 1,4-butandioli, 2,3-butandioli, 2-metyl-1,2-propandioli, 1,5-pentandioli, 2-metyl-2,3-butandioli, 1,6-hexandioli, 1,2-hexandioli, 2,5-hexandioli, 2-metyl-2,4-pentandioli, 2,3-dimetyl-2,3-butandioli, 2-etyl-hexandioli, 1,2-octandioli, 1,2-decandioli, 2,2,4-trimetyl-pentandioli, 2-butyl-2-

etyl-1,3-propandiol, và 2,2-dietyl-1,3-propandiol. Các ví dụ về các rượu ba lần bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, glyxerin và trimetylolpropan. Các ví dụ về các rượu bốn lần bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, pentaerytritol.

Các ví dụ về rượu polyhydric được polyme hoá bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, rượu polyhydric polyeste, rượu polyhydric polyete, rượu polyhydric acrylic, và rượu polyhydric polyolefin.

Các ví dụ về rượu polyhydric polyeste bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, rượu polyhydric polyeste thu được từ phản ứng ngưng tụ hợp chất duy nhất hoặc hỗn hợp của các axit dicarboxylic như axit suxinic, axit adipic, axit sebacic, axit dime, anhydrit maleic, anhydrit phtalic, axit isophtalic, và axit terephtalic với hợp chất duy nhất hoặc hỗn hợp của các rượu polyhydric như etylen glycol, propylen glycol, dietylen glycol, neopentyl glycol, trimetylolpropan, và glyxerin; và các polycaprolacton thu được bằng cách polyme hoá mở vòng ϵ -caprolacton với rượu polyhydric.

Các ví dụ về rượu polyhydric polyete bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các rượu polyhydric polyete thu được bằng cách bổ sung ngẫu nhiên hoặc bổ sung khối hợp chất duy nhất hoặc hỗn hợp của các alkylen oxit như etylen oxit, propylen oxit, butylen oxit, xyclohexen oxit, và styren oxit với hợp chất duy nhất hoặc hỗn hợp của các hợp chất hydroxy đa hoá trị với sử dụng hydroxit bao gồm lithi, natri hoặc kali, chất xúc tác kiềm mạnh như alcolat và alkyl amin, porphyrin kim loại, hoặc phức xyanua kim loại hỗn hợp như và phức kẽm axit hexaxyanocoban; và các rượu polyhydric polyete thu được bằng cách cho hợp chất polyamin như etylen diamin phản ứng với alkylen oxit. Các ví dụ khác của nó bao gồm các rượu polyhydric polyme thu được bằng cách polyme hoá acrylamit và tương tự kết hợp sử dụng các polyete làm môi trường.

Tốt hơn, nếu polyisoxyanat được sử dụng trong sáng chế chứa nhóm isoxyanurat. Màng phủ được hoá rắn bằng cách sử dụng polyisoxyanat có nhóm isoxyanurat có tính chịu thời tiết tốt.

Polyisoxyanat được sử dụng trong sáng chế có thể chứa một cách đồng thời nhóm chức ngoài nhóm isoxyanurat, ví dụ, nhóm biuret, nhóm ure, nhóm

uretdion, nhóm uretan, nhóm allophanat, nhóm oxadiazintrion và tương tự.

Polyisoxyanat có nhóm isoxyanurat thu được bằng cách, ví dụ, thực hiện phản ứng isoxyanurat hoá kết hợp sử dụng chất xúc tác và tương tự, kết thúc phản ứng này khi tốc độ chuyển hoá đạt giá trị định trước, và loại bỏ monome diisoxyanat. Các chất xúc tác cho phản ứng isoxyanurat hoá được ưu tiên sử dụng trong trường hợp này thường có tính kiềm. Các ví dụ cụ thể về chất xúc tác này bao gồm (a) hydroxit của tetraalkylamoni như tetrametylamoni và tetraetylamoni, hoặc muối của tetraalkylamoni như tetrametylamoni và tetraetylamoni và axit hữu cơ yếu như axit axetic; (b) hydroxit của hydroxyalkylamoni như trimetylhydroxypropylamoni, trimetylhydroxyetylamoni, trietylhydroxypropylamoni, và trietylhydroxyetylamoni, hoặc muối của hydroxyalkylamoni như trimetylhydroxypropylamoni, trimetylhydroxyetylamoni, trietylhydroxypropylamoni, và trietylhydroxyetylamoni và axit hữu cơ yếu như axit axetic; (c) muối của kim loại kiềm như muối thiếc, kẽm và chì của axit alkylcarboxylic như axit axetic, axit octylic, axit capric, và axit myristic; (d) alcolat của kim loại như natri và kali; (e) hợp chất chứa nhóm aminosilyl như hexametyldisilazan; (f) các bazơ Mannich; (g) sử dụng kết hợp amin bậc ba và hợp chất epoxy; và (h) hợp chất phospho như tributylphosphin. Lượng chất xúc tác được sử dụng được lựa chọn nằm trong khoảng từ 10 ppm và 1% tổng trọng lượng của diisoxyanat và rượu polyhydric như các nguyên liệu đầu. Để dừng phản ứng này, các chất xúc tác cho phản ứng isoxyanurat hoá được khử hoạt tính, ví dụ, bằng cách bổ sung chất axit mà trung hoà chất xúc tác này như axit phosphoric và este của axit phosphat, pyrolysis, hoặc quá trình phân huỷ hoá học.

Lượng polyisoxyanat nằm trong khoảng từ 10 đến 70% trọng lượng. Độ nhớt của polyisoxyanat thu được khi lượng polyisoxyanat cao hơn có xu hướng tăng lên.

Nhiệt độ của phản ứng isoxyanurat hoá tốt hơn là 20°C hoặc lớn hơn từ quan điểm về việc tăng khả năng phản ứng. Nhiệt độ của phản ứng isoxyanurat hóa tốt hơn là 200°C hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về việc làm giảm màu của sản

phẩm và việc tạo ra phản ứng phụ. Nhiệt độ của phản ứng isoxyanurat hoá tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 150°C.

Sau khi kết thúc phản ứng này, các monome diisoxyanat được loại bỏ bằng quá trình chưng cất màng mỏng, chiết và tương tự, và polyisoxyanat hầu như không chứa các monome diisoxyanat. Nồng độ của diisoxyanat không phản ứng còn lại trong polyisoxyanat thu được tốt hơn là 3% khối lượng hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về việc làm tăng khả năng hoá rắn, tốt hơn nữa là 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,5% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Độ nhớt của polyisoxyanat mà có thể được sử dụng trong sáng chế nằm trong khoảng từ 100 đến 30000 mPa.s ở nhiệt độ 25°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 500 đến 10000 mPa.s, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 550 đến 4000 mPa.s.

Trọng lượng phân tử trung bình số của polyisoxyanat được sử dụng trong sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 500 đến 2000, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 550 đến 1000.

Số trung bình thống kê của các nhóm isoxyanat (số nhóm chức isoxyanat trung bình) chứa trong một phân tử polyisoxyanat tốt hơn là 4 hoặc lớn hơn từ quan điểm về việc làm tăng khả năng liên kết ngang, và tốt hơn là 20 hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về việc nâng cao độ tan trong dung môi và tính ổn định của thể phân tán trong nước. Số trung bình thống kê của các nhóm isoxyanat tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4 đến 15, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 4 đến 9.

Nồng độ của nhóm isoxyanat trong polyisoxyanat tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 25% khối lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 24% khối lượng, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15 đến 24% khối lượng.

Đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu

Polyisoxyanat khối theo sáng chế có đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu. Polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu là hợp chất có

nhóm hydroxyl ở một đầu của polyetylen oxit, và là hợp chất thu được bằng cách bổ sung etylen oxit vào rượu một lần ban đầu. Rượu một lần ban đầu tốt hơn là có 1 đến 10 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về rượu một lần ban đầu bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, metanol, etanol, 2-propanol, n-butanol, sec-butanol, và 2-etyl-1-hexanol. Trong số chúng, rượu một lần ban đầu tốt hơn là metanol.

Trọng lượng phân tử của polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu tốt hơn là nằm trong khoảng từ 300 đến 2000, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 300 đến 1500, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 500 đến 1000.

Đơn vị chất tạo khối

Polyisoxyanat khối theo sáng chế có đơn vị chất tạo khối (nhóm thu được từ chất tạo khối). Chất tạo khối là hợp chất có một hydro hoạt hoá trong phân tử của nó. Các ví dụ về hợp chất này bao gồm hợp chất rượu, hợp chất alkylphenol, hợp chất phenol, hợp chất metylen hoạt hoá, hợp chất mercaptan, hợp chất amit axit, hợp chất imit axit, hợp chất imidazol, hợp chất ure, hợp chất oxim, hợp chất amin, hợp chất imit, và hợp chất pyrazol. Các ví dụ cụ thể hơn về chất tạo khối sẽ được mô tả dưới đây:

(1) các hợp chất rượu: metanol, etanol, 2-propanol, n-butanol, sec-butanol, 2-etyl-1-hexanol, 2-methoxyetanol, 2-ethoxyetanol, 2-butoxyetanol và tương tự;

(2) các hợp chất alkylphenol: mono- và các di-alkylphenol có nhóm alkyl chứa 4 nguyên tử cacbon hoặc lớn hơn làm nhóm thế, mà là, ví dụ, các monoalkylphenol như n-propylphenol, i-propylphenol, n-butylphenol, sec-butylphenol, t-butylphenol, n-hexylphenol, 2-ethylhexylphenol, n-octylphenol và n-nonylphenol, các dialkylphenol như di-n-propylphenol, diisopropylphenol, isopropylcresol, di-n-butylphenol, di-t-butylphenol, di-sec-butylphenol, di-n-octylphenol, di-2-ethylhexylphenol, và di-n-nonylphenol, và tương tự;

(3) các hợp chất phenol: phenol, cresol, etylphenol, phenol được styrenat hoá, và este của axit hydroxybenzoic và tương tự;

(4) các hoạt chất của metylen hoạt hoá: dimetyl malonat, dietyl malonat, metyl axetoaxetat, etyl axetoaxetat, axetylaxeton và tương tự;

(5) các hợp chất mercaptan: butylmercaptan, dodexylmercaptan và tương tự;

(6) các hợp chất axit amit: axetanilit, axit axetic amit, ϵ -caprolactam, δ -valerolactam, γ -butyrolactam và tương tự;

(7) các hợp chất imit axit: imit suxinat, imit maleat và tương tự;

(8) các hợp chất imidazol: imidazol, 2-metylimidazol và tương tự;

(9) các hợp chất ure: ure, thioure, etylenure và tương tự;

(10) các hợp chất oxim: formaldoxim, axetoaldoxim, axetoxim, metyletylketoxim, xyclohexanon oxim và tương tự;

(11) các hợp chất amin: diphenylamin, anilin, carbazol, di-n-propylamin, diisopropylamin, isopropyletylamin và tương tự;

(12) các hợp chất imin: etylenimin, polyetylenimin và tương tự; và

(13) các hợp chất pyrazol: pyrazol, 3-metylpyrazol, 3,5-dimetylpyrazol và tương tự.

Các monome này có thể được sử dụng bằng cách kết hợp hai hoặc nhiều loại với nhau. Chất tạo khối tốt hơn là hợp chất amin (tốt hơn là, hợp chất amin béo) hoặc hợp chất pyrazol. Chất tạo khối tốt hơn nữa là hợp chất pyrazol, và đặc biệt tốt hơn là 3,5-dimetylpyrazol. Việc sử dụng hợp chất pyrazol, đặc biệt là 3,5-dimetylpyrazol có xu hướng tạo ra khả năng hoá rắn tuyệt vời hơn ở nhiệt độ thấp hoặc trong quá trình sấy trong thời gian ngắn.

Khi polyisoxyanat khối thu được, monool thu được bằng cách polyme hoá alkylen oxit có 3 nguyên tử cacbon hoặc lớn hơn có thể được sử dụng.

Monool thu được bằng cách polyme hoá alkylen oxit có 3 nguyên tử cacbon hoặc lớn hơn thu được từ rượu một lần ban đầu và alkylen oxit có 3

nguyên tử cacbon hoặc lớn hơn. Rượu một lần ban đầu có 1 đến 10 các nguyên tử cacbon, tốt hơn là 2 đến 8 các nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là 4 đến 8 các nguyên tử cacbon. Các ví dụ cụ thể về rượu một lần bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các rượu như metanol, etanol, 2-propanol, n-butanol, sec-butanol, và 2-ethyl-1-hexanol.

Các ví dụ về alkylen oxit có 3 nguyên tử cacbon hoặc lớn hơn bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, propylen oxit, butylen oxit, xyclohexen oxit, và styren oxit. Alkylen oxit tốt hơn là propylen oxit. Phương pháp sản xuất alkylen oxit có 3 nguyên tử cacbon hoặc lớn hơn không bị giới hạn cụ thể. Tuy nhiên, alkylen oxit có 3 nguyên tử cacbon hoặc lớn hơn thu được bằng cách bổ sung hợp chất duy nhất hoặc hỗn hợp của các alkylen oxit với rượu một lần ban đầu trong sự có mặt của hydroxit chứa lithi, natri hoặc kali, chất xúc tác kiềm mạnh như alcolat và alkyl amin, porphyrin kim loại, hoặc phức xyanua kim loại hỗn hợp như phức kẽm axit hexaxyanocoban.

Trọng lượng phân tử trung bình số của monool thu được bằng cách polyme hoá alkylen oxit có 3 nguyên tử cacbon hoặc lớn hơn tốt hơn là 300 hoặc lớn hơn từ quan điểm về việc nâng cao khả năng tương hợp của polyisoxyanat khối với rượu polyhydric. Trọng lượng phân tử trung bình số tốt hơn là 2000 hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về việc nâng cao độ cứng của màng phủ cần thu được. Trọng lượng phân tử trung bình số này tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 300 đến 1500, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 350 đến 1000.

Sau đây, nồng độ khối lượng của các thành phần trong polyisoxyanat khối theo sáng chế sẽ được mô tả. Nồng độ thành phần của đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu khi nồng độ thành phần của polyisoxyanat khối theo sáng chế được xác định là 100% trọng lượng bằng 15% khối lượng hoặc lớn hơn từ quan điểm về việc nâng cao độ tan và độ phân tán trong nước. Nồng độ thành phần này tốt hơn là 30% khối lượng hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về làm tăng độ bền của màng phủ cần thu được. Nồng độ thành phần trong polyisoxyanat khối tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 15 đến 25% khối lượng.

Nồng độ thành phần của đơn vị polyisoxyanat khi nồng độ thành phần của polyisoxyanat khối theo sáng chế được xác định là 100% khối lượng bằng 45% khối lượng hoặc lớn hơn và bằng 65% khối lượng hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về việc làm tăng nồng độ của các nhóm isoxyanat để tăng khả năng hoá rắn. Nồng độ thành phần này tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 60% khối lượng.

Nồng độ thành phần của đơn vị chất tạo khối khi nồng độ thành phần của polyisoxyanat khối theo sáng chế được xác định là 100% khối lượng bằng 15% khối lượng hoặc lớn hơn từ quan điểm về việc làm tăng khả năng hoá rắn. Khi nồng độ thành phần của chất tạo khối tăng, nồng độ thành phần của polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu giảm. Do đó, nồng độ thành phần của đơn vị chất tạo khối tốt hơn là 30% khối lượng hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về việc làm tăng tỷ lệ của đơn vị thành phần thu được từ polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu để thu được độ bền của thể phân tán trong nước tuyệt vời. Nồng độ thành phần của đơn vị chất tạo khối tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 30% khối lượng.

Các nồng độ thành phần của đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu, đơn vị polyisoxyanat, và đơn vị chất tạo khối trong polyisoxyanat khối theo sáng chế có thể được xác định cụ thể bằng, ví dụ, $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$ và tương tự. Các nồng độ thành phần này có thể được xác định cụ thể từ các lượng nạp của chúng.

Các ví dụ về polyisoxyanat khối theo sáng chế bao gồm polyisoxyanat khối chứa đơn vị polyisoxyanat và đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu, và polyisoxyanat khối chứa đơn vị polyisoxyanat và đơn vị chất tạo khối.

Nồng độ thành phần của trime diisoxyanat trong polyisoxyanat khối theo sáng chế tốt hơn là 5% khối lượng hoặc lớn hơn từ quan điểm về độ cứng cao và tính chịu thời tiết cao của màng phủ cần thu được. Nồng độ thành phần của trime diisoxyanat tốt hơn là 40% khối lượng hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về nâng cao độ giãn dài của màng phủ cần thu được. Nồng độ thành phần của trime

diisoxyanat tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 40% khối lượng, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 30% khối lượng. Thành phần trime diisoxyanat là polyisoxyanat khối thu được từ polyisoxyanat có ba nhóm isoxyanat cho một phân tử thu được từ ba phân tử monome diisoxyanat và ba phân tử chất tạo khối.

Trọng lượng phân tử trung bình số của polyisoxyanat khối theo sáng chế tốt hơn là 1000 hoặc lớn hơn từ quan điểm về việc nâng cao nồng độ của các nhóm isoxyanat để tăng khả năng hoá rắn. Trọng lượng phân tử trung bình số của polyisoxyanat khối tốt hơn là 3000 hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về khả năng tương hợp tuyệt vời với rượu polyhydric. Trọng lượng phân tử trung bình số của polyisoxyanat khối tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1000 đến 2500.

Nồng độ của các nhóm isoxyanat được tạo khối bởi chất tạo khối của polyisoxyanat khối theo sáng chế tốt hơn là 5% khối lượng hoặc lớn hơn từ quan điểm về việc làm tăng khả năng hoá rắn. Nồng độ của các nhóm isoxyanat này tốt hơn là 15% khối lượng hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về việc làm tăng độ dai của màng phủ cần thu được.

Thế phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo sáng chế có thể thu được bằng cách sử dụng các nguyên liệu đầu được mô tả chi tiết ở trên. Ví dụ về phương pháp sản xuất sẽ được mô tả một cách chi tiết.

Đầu tiên, polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu phản ứng với polyisoxyanat. Trong phản ứng này, muối của kim loại hữu cơ như thiếc, kẽm và chì, hợp chất amin bậc ba, và alcolat của kim loại kiềm như natri có thể được sử dụng làm chất xúc tác.

Nhiệt độ phản ứng trong trường hợp này tốt hơn là -20°C hoặc lớn hơn từ quan điểm về việc tăng khả năng phản ứng. Nhiệt độ phản ứng tốt hơn là 150°C hoặc nhỏ hơn từ quan điểm về việc làm giảm phản ứng phụ. Nhiệt độ phản ứng tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30 đến 100°C .

Polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu tốt hơn là phản ứng với polyisoxyanat một cách hoàn toàn để ngăn chặn polyetylen oxit có nhóm

hydroxyl ở một đầu còn lại ở trạng thái không được phản ứng. Ở trạng thái trong đó polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu còn lại ở trạng thái không được phản ứng, độ ổn định của thể phân tán trong nước và khả năng hoá rắn của polyisoxyanat khối có thể giảm.

Do đó các nhóm isoxyanat của polyisoxyanat còn lại phản ứng với polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu thu được phản ứng với chất tạo khối. Các điều kiện phản ứng như nhiệt độ phản ứng, và chất xúc tác cho phản ứng này có thể được thiết lập như cho phản ứng nêu trên. Sau phản ứng, khi các nhóm isoxyanat còn lại, chất tạo khối hoặc tương tự tốt hơn là được bổ sung, để làm cho các nhóm isoxyanat biến mất một cách hoàn toàn. Các phản ứng này có thể được thực hiện trong sự có mặt của dung môi. Tốt hơn, nếu dung môi trong trường hợp này không chứa hydro hoạt hóa.

Sau đó, nước được bổ sung vào đó. Tốt hơn, nếu một lượng nước định trước được bổ sung thành nhiều lần hoặc nhỏ giọt. Khi nước bổ sung được chia thành nhiều lần, tốt hơn nếu lượng nước định trước được chia thành bốn đến tám lần. Khi nồng độ của polyisoxyanat khối bằng 50% khối lượng hoặc lớn hơn, nhiệt độ chất lỏng tốt hơn là được duy trì trong khoảng từ 50 đến 80°C. Khi nồng độ của polyisoxyanat khối bằng 10% khối lượng hoặc lớn hơn và nhỏ hơn 50% khối lượng, nhiệt độ chất lỏng tốt hơn là được duy trì trong khoảng từ 20°C đến nhỏ hơn 50°C.

Khi nước được bổ sung tập trung, hoặc khi nhiệt độ chất lỏng nằm ngoài khoảng nêu trên, đường kính hạt phân tán trung bình của polyisoxyanat khối tăng có thể gây ra sự kết tủa hoặc phân tách.

Do đó, các tác giả sáng chế đã nhận thấy rằng phương pháp bổ sung nước và nhiệt độ chất lỏng khi nước được bổ sung có ảnh hưởng lớn đến đường kính hạt phân tán trung bình của polyisoxyanat khối, và ảnh hưởng này là khác nhau phụ thuộc vào nồng độ của polyisoxyanat khối. Khi đường kính hạt phân tán trung bình của polyisoxyanat khối cần giảm, lượng nhóm ưa nước bổ sung thường tăng. Tuy nhiên, thật bất ngờ, đường kính hạt phân tán trung bình có thể giảm với một lượng nhỏ nhóm ưa nước, tức là, đơn vị polyetylen oxit có nhóm

hydroxyl ở một đầu nhỏ hơn lượng thông thường. Như nêu trên, đường kính hạt phân tán trung bình của polyisoxyanat khối của thể phân tán trong nước theo sáng chế có thể được điều chỉnh nằm trong khoảng từ 1 đến 250 nm, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 180 nm, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 80 nm.

Kết quả, đường kính hạt phân tán trung bình ϕ của polyisoxyanat khối có thể đáp ứng công thức 1 dưới đây:

Công thức 1: $1 \leq \phi \leq 310 - 8 \times A$

trong đó A là % khối lượng đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu trong polyisoxyanat khối.

Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo sáng chế có thể chứa dung môi không phải nước với lượng lên đến 20% khối lượng. Các ví dụ về dung môi trong trường hợp này bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, 1-methylpyrrolidon, etylen glycol monoetyl ete, dietylen glycol monoetyl ete, etylen glycol monometyl ete, dietylen glycol monometyl ete, dipropylen glycol monometyl ete, propylen glycol monometyl ete, 3-methoxy-3-metyl-1-butanol, etylen glycol dietyl ete, dietylen glycol dietyl ete, etylen glycol dimetyl ete, dietylen glycol dimetyl ete, dipropylen glycol dimetyl ete, propylen glycol dimetyl ete, metyl etyl keton, axeton, metyl isobutyl keton, propylen glycol monometyl ete axetat, etanol, metanol, iso-propanol, 1-propanol, iso-butanol, 1-butanol, 2-etylhexanol, xyclohexanol, etylen glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, propylen glycol, dipropylen glycol, 1,4-butandiol, 1,3-butandiol, etyl axetat, isopropyl axetat, butyl axetat, toluen, xylen, pentan, iso-pentan, hexan, iso-hexan, xyclohexan, naphta dung môi, và xăng khoáng. Các dung môi này có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại với nhau. Từ quan điểm về độ phân tán trong nước, độ hoà tan của dung môi trong nước tốt hơn là 5% khối lượng hoặc lớn hơn. Cụ thể, dipropylen glycol dimetyl ete và dipropylen glycol monometyl ete được ưu tiên.

Do đó nồng độ của polyisoxyanat khối của thể phân tán trong nước thu được tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 40%.

Chế phẩm xử lý sợi

Chế phẩm xử lý sợi theo sáng chế chứa nhựa flo hầu như không chứa nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, và thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước.

Nhựa flo được sử dụng trong sáng chế là nhựa flo hầu như không chứa nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Nhựa flo có thể chứa nhóm perflohexyl có 6 nguyên tử cacbon. Các ví dụ về nhựa flo bao gồm nhựa flo thu được bằng cách polyme hoá acrylat hoặc metacrylat chứa flo làm monome. Các ví dụ cụ thể về acrylat và metacrylat chứa flo bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, nhựa flo chứa nhóm perfloalkyl có 3 đến 6 nguyên tử cacbon. Trong nhóm perflooctyl có 8 nguyên tử cacbon, sự tạo ra axit perflooctanoic có gây ra vấn đề liên quan đến sự tích tụ trong môi trường tự nhiên hoặc cơ thể người đã được chỉ ra. Do đó, việc sử dụng nhựa flo hầu như không chứa nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn và chứa nhóm perfloalkyl có số nguyên tử cacbon nhỏ có thể tạo ra chế phẩm xử lý sợi mà axit perflooctanoic hầu như không được tạo ra.

Nhóm perfloalkyl có 6 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn có thể có chức năng kém hơn so với nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Polyisoxyanat khối theo sáng chế nâng cao độ bền cơ học của nhựa flo hầu như không chứa nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn.

Các monome khác có thể được sử dụng kết hợp ngoài các monome flo. Các ví dụ về các monome mà có thể được sử dụng kết hợp bao gồm các monome sau. Các ví dụ về các monome khác có khả năng đồng trùng hợp với acrylat và/hoặc metacrylat có nhóm perfloalkyl bao gồm các monome sau.

Các ví dụ về các este của axit acrylic hoặc axit metacrylic bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, lauryl acrylat, lauryl metacrylat, stearyl acrylat, stearyl metacrylat, benzyl acrylat, benzyl metacrylat, glycidyl acrylat, glycidyl metacrylat, aziridinyl acrylat, aziridinyl metacrylat, hydroxyalkyl acrylat, hydroxyalkyl metacrylat, 3-clo-2-hydroxypropyl metacrylat, và alkylen diol acrylat.

Các ví dụ về các acrylamit hoặc các metacrylamit bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, acrylamit như alkylen diol dimetacrylat, metacrylamit, N-metylol acrylamit, N-metylol metacrylamit, diaxeton acrylamit, diaxeton metacrylamit, và diaxeton acrylamit được metylolat hoá.

Các ví dụ về các este axit maleic alkyl bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, dibutyl maleat.

Các ví dụ về các olefin bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, etylen, propylen, butadien, isopren, vinyl clorua, vinyl florua, vinyliden clorua, vinyliden florua, và clopren.

Các ví dụ về các vinyl carboxylat bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, vinyl axetat.

Các ví dụ về các styren bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, styren, α -methylstyren, và β -methylstyren.

Các ví dụ về các vinyl ete bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, etyl vinyl ete, xyclohexyl vinyl ete, và alkyl halogenua vinyl ete.

Về tỷ lệ của lượng giữa acrylat và/hoặc metacrylat có nhóm perfloalkyl và monome khác có khả năng đồng trùng hợp với chúng, tổng lượng acrylat và/hoặc metacrylat có nhóm perfloalkyl tốt hơn là 40% khối lượng hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 50 đến 80% khối lượng của toàn bộ các monome được sử dụng cho quá trình đồng trùng hợp.

Các copolyme này có thể được tạo ra bằng cách trùng hợp trong dung dịch, trùng hợp nhũ tương, trùng hợp huyền phù và tương tự là các phương pháp trùng hợp đã biết. Tuy nhiên, tốt hơn nếu các copolyme này được tạo ra bằng cách trùng hợp nhũ tương.

Do đó nhựa flo thu được và thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước được sử dụng một cách thích hợp làm chế phẩm xử lý sợi để xử lý vải.

Tỷ lệ khối lượng nhựa của nhựa flo với thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước là 50:50 đến 95:5, tốt hơn là 70:30 đến 95:5, và tốt hơn nữa là 80:20

đến 90:10. Khoảng nêu trên nhằm để tạo ra tính kỵ nước tuyệt vời hơn.

Trong chế phẩm xử lý sợi theo sáng chế, chất làm chậm ngọn lửa, chất làm ổn định phẩm nhuộm, chất diệt nấm, chất diệt khuẩn, chất diệt nấm, chất chống côn trùng, chất chống bẩn, chất chống tĩnh điện, nhựa aminoplast, polyme acrylic, nhựa glyoxal, nhựa melamin, sáp tự nhiên, nhựa silicon, chất làm đặc, hợp chất polyme và tương tự có thể được sử dụng.

Nếu cần, chế phẩm xử lý sợi theo sáng chế có thể được pha loãng bằng nước, và được sử dụng. Nồng độ nhựa của chế phẩm xử lý sợi đã được pha loãng thường nằm trong khoảng từ 0,5 đến 5% khối lượng, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3% khối lượng.

Sợi

Vải theo sáng chế được xử lý bằng chế phẩm xử lý sợi. Nhựa flo được sử dụng làm chất xử lý sợi mà tạo ra tính kỵ nước cho vải. Các ví dụ về phương pháp đánh giá tính kỵ nước bao gồm thử nghiệm phun theo tiêu chuẩn JIS-L-1092 và phương pháp đo góc tiếp xúc của nước/rượu isopropyl (tỷ lệ khối lượng: 1/1).

Hơn nữa, tính kỵ nước sau khi vải được giặt (độ bền khi giặt) cũng là một tính năng quan trọng. Các ví dụ về phương pháp giặt bao gồm JIS-L-0217-103. Sự suy giảm về tính kỵ nước có thể được đánh giá bằng cách so sánh tính kỵ nước trước khi giặt với sau khi giặt sau 10 lần giặt chẳng hạn.

Như được mô tả ở trên, nhựa flo hầu như không chứa nhóm perfluoralkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn thường có độ bền khi giặt thấp hơn độ bền của nhựa flo chứa nhóm perfluoralkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn. Tuy nhiên, thật bất ngờ, vải được xử lý bằng chế phẩm xử lý sợi theo sáng chế có thể phát triển độ bền khi giặt rất tuyệt vời.

Vải theo sáng chế tốt hơn là được phủ nhựa flo hầu như không chứa nhóm perfluoralkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn, trong đó góc tiếp xúc của nước/rượu isopropyl (tỷ lệ khối lượng: 1/1) sau 10 lần giặt bằng 90° hoặc lớn hơn. Góc tiếp xúc sau 10 lần giặt tốt hơn nữa là 90° hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn

nữa là 92° hoặc lớn hơn. Khoảng nêu trên nhằm tạo ra độ bền khi giặt tuyệt vời hơn.

Tốc độ duy trì (góc tiếp xúc sau 10 lần giặt/góc tiếp xúc trước khi giặt: %) của góc tiếp xúc của nước/rượu isopropyl (tỷ lệ khối lượng: 1/1) sau 10 lần giặt với góc tiếp xúc của nước/rượu isopropyl (tỷ lệ khối lượng: 1/1) khi việc giặt không được thực hiện tốt hơn là 94% hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 96% hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 98% hoặc lớn hơn. Khoảng nêu trên nhằm tạo ra độ bền khi giặt tuyệt vời hơn.

Nhựa flo mà để phủ vải và hầu như không chứa nhóm perfluoralkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn có thể được xác định cụ thể bằng phương pháp sắc ký ion-đốt và TOF-SIMS. Polyisoxyanat mà để phủ vải có thể được xác định cụ thể bằng TOF-SIMS. Ở đây, cụm từ "hầu như không chứa" nhóm perfluoralkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn chỉ trường hợp trong đó m/z 377, m/z 427, và m/z 461 không được phát hiện trong lần đo trong TOF-SIMS sử dụng thiết bị sau.

Thiết bị: TRIFT III (do Physical Electronics sản xuất)

Ion chính: Ga⁺

Điện áp gia tăng: 15 kV

Dòng điện: 600 pA

Vùng phân tích: 200 μm × 200 μm

Ion phát hiện: ion dương

Súng phóng điện tử: có

Việc xử lý sợi bằng cách sử dụng chế phẩm xử lý sợi theo sáng chế có thể được thực hiện bằng cách dính nhựa với sợi và sau đó gia nhiệt sợi. Nhựa có thể được dính bằng, ví dụ, phương pháp đổ đầy, phương pháp tẩm, phương pháp phun, phương pháp phủ, hoặc phương pháp in.

Sau đó, lượng dính nhựa được điều chỉnh trong lượng định trước bằng cách sử dụng trục cán và tương tự, và sợi sau đó được gia nhiệt ở nhiệt độ 100°C hoặc lớn hơn. Tốt hơn nếu, sợi được gia nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 140 đến 180°C trong 10 giây đến 10 phút. Tốt hơn, nếu sợi được gia nhiệt trong 30 giây đến 3 phút.

Các ví dụ về loại sợi mà chất lỏng xử lý theo sáng chế có thể được phủ bao gồm các sợi tự nhiên như bông, bông gạo, vải lanh, gai, đay, sợi gai Manila, sợi gai dầu xizal, len, len casomia, vải ni angora, lông len anpaca, lông lạc đà, tơ, và lông vũ, các sợi tái sinh như tơ nhân tạo, polynosic, tơ amoniac đồng, và tencel, các sợi bán tổng hợp như các sợi xenluloza axetat và promix, các sợi tổng hợp như các sợi polyamit, các sợi polyeste, các sợi acryl, các sợi polyolefin, các sợi rượu polyvinyl, các sợi polyvinyl clorua, các sợi polyuretan, các sợi polyoxymetylen, các sợi polytetrafloetylen, các sợi benzoat, các sợi polyparaphenylen benzbisthiazol, các sợi polyparaphenylen benzbisoxazol, và các sợi polyimit, các sợi vô cơ như thạch cao, sợi thủy tinh, sợi cacbon, sợi nhôm oxit, các sợi silic cacbua, các sợi bo, các sợi tyranno, các sợi đơn tinh thể vô cơ, các sợi đá, và các sợi xi, các sợi composít và các sợi hỗn hợp của chúng. Các ví dụ về các dạng của chúng bao gồm vải, vải dệt, và vải không dệt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả một cách cụ thể có dựa vào các ví dụ sau và tương tự. Tuy nhiên, sáng chế không chỉ giới hạn ở đó.

(1) Đo độ nhớt:

Độ nhớt được đo bằng cách sử dụng thiết bị sau.

Thiết bị: RE-80R (do Toki Sangyo Co., Ltd. sản xuất)

Khối quay: đĩa hình côn 1°34'×R24

Nhiệt độ đo: 25°C

(2) Đo trọng lượng phân tử trung bình số:

Trọng lượng phân tử trung bình số là trọng lượng phân tử trung bình số tính theo polystyren như được đo bằng phép sắc ký thẩm gel bằng cách sử dụng thiết bị sau.

Thiết bị: HLC-802A (do Tosoh Co., Ltd. sản xuất)

Cột: G1000HXL (một cột) (do Tosoh Corporation sản xuất)

G2000HXL (một cột) (do Tosoh Corporation sản xuất)

G3000HXL (một cột) (do Tosoh Corporation sản xuất)

Chất mang: tetrahydrofuran

Lưu lượng: 0,6 mL/phút

Nồng độ mẫu: 1,0% trọng lượng

Lượng được bơm vào: 20 μ L

Nhiệt độ: 40°C

Phương pháp phát hiện: khúc xạ kế vi sai

(3) Hàm lượng của các nhóm isoxyanat của polyisoxyanat:

Cân 1 đến 3 g polyisoxyanat một cách chính xác cho vào bình nón (Wg). Sau đó, bổ sung 20 ml toluen, để hòa tan polyisoxyanat. Tiếp theo, bổ sung 10 ml dung dịch toluen của di-n-butylamin 2 N, rồi trộn đều. Chất lỏng hỗn hợp sau đó được để ở nhiệt độ phòng trong 15 phút. Bổ sung 70 ml rượu isopropyl, rồi trộn đều. Chất lỏng hỗn hợp được chuẩn độ bằng chất chỉ thị có dung dịch axit clohydric 1 N (hệ số F). Giá trị chuẩn độ xác định được là V2 ml. Quy trình tương tự được thực hiện mà không sử dụng polyisoxyanat. Giá trị chuẩn độ xác định được là V1 ml. Hàm lượng của các nhóm isoxyanat của polyisoxyanat được tính từ công thức sau.

Công thức 2

Hàm lượng của các nhóm isoxyanat (% khối lượng)=(V1-

$$V2) \times F \times 42 / (W \times 1000) \times 100$$

(4) Phương pháp đo số nhóm chức isoxyanat trung bình:

Số nhóm chức isoxyanat trung bình thu được theo công thức 3.

Công thức 3

Số nhóm chức isoxyanat trung bình = trọng lượng phân tử trung bình số của polyisoxyanat (Mn) × hàm lượng của các nhóm isoxyanat (% khối lượng) × 0,01 / 42

(5) Đường kính hạt phân tán trung bình (đường kính hạt phân tán trung bình theo thể tích):

Đường kính hạt phân tán trung bình theo thể tích được đo bằng cách sử dụng thiết bị sau.

Thiết bị: Nanotrak UPA-EX150 (do Nikkiso Co., Ltd. sản xuất)

Dung môi: nước

Nhiệt độ: 23°C

(6) Độ ổn định của thể phân tán trong nước:

Sự tồn tại hoặc không tồn tại kết tủa của chế phẩm thể phân tán trong nước chứa 30% khối lượng polyisoxyanat khối được quan sát bằng mắt thường. Trường hợp trong đó kết tủa không tồn tại, trường hợp trong đó một lượng nhỏ kết tủa tồn tại, và trường hợp trong đó sự phân tách hoặc một lượng lớn kết tủa tồn tại lần lượt được thể hiện là tốt, khá tốt, và kém.

(7) Độ bền màng phủ:

Độ bền màng phủ được đo với các điều kiện sau bằng cách sử dụng TENSILON RTE-1210 (do A&D Company, Limited sản xuất). Màng phủ được hóa rắn ở nhiệt độ 150°C trong 30 phút. Giới hạn bền khi kéo của màng phủ tại thời điểm này được ghi lại. Trị số này càng lớn, độ bền càng cao.

Tốc độ kéo: 20 mm/phút

Kích thước mẫu: 20 mm chiều rộng x 10 mm chiều dài x 20 đến 40 μ m chiều dày

Nhiệt độ: 23°C

Độ ẩm: 50%

(8) Độ bền cơ học:

Chất lỏng hỗn hợp của polyisoxyanat khối và chế phẩm xử lý sợi được pha loãng đến 20% bằng nước. Chất lỏng hỗn hợp được gia nhiệt đến 50°C và được khuấy ở tốc độ 5000 vòng/phút trong máy trộn đều trong 10 phút. Sau đó, hạt tạo ra được lọc thông qua vải bông, và được sấy khô để đo trọng lượng của khối kết tập. Trị số được tính toán bằng công thức 4 sau được xác định là tỷ lệ khởi sinh khối kết tập. Trị số này có vai trò như chỉ số của độ bền cơ học. Tỷ lệ khởi sinh khối kết tập càng thấp, độ bền cơ học càng tuyệt vời hơn.

Công thức 4: Tỷ lệ khởi sinh khối kết tập (% khối lượng) = $100 \times (\text{trọng lượng của khối kết tập} / \text{trọng lượng của chất lỏng hỗn hợp})$

(9) Góc tiếp xúc:

Góc tiếp xúc (góc tiếp xúc với nước/rượu isopropyl (tỷ lệ khối lượng: 1/1)) của vải được đo bằng cách sử dụng máy đo góc tiếp xúc (do FIBRO system ab sản xuất) theo phương pháp giọt chất lỏng.

Tốc độ duy trì (%) = $\text{góc tiếp xúc sau 10 lần giặt} / \text{góc tiếp xúc trước khi giặt}$

(10) Thử tính kỵ nước:

Thử nghiệm phun theo tiêu chuẩn JIS-L-1092 được thực hiện để quan sát và đánh giá tình trạng ướt của bề mặt. Việc đánh giá là như sau. Trị số thu được càng cao, tính kỵ nước càng tuyệt vời hơn.

5: Không thấm ướt và có giọt nước bám trên bề mặt.

4: Mặc dù không thấm ướt trên bề mặt, nhưng có giọt nước nhỏ bám trên

bề mặt.

3: Sự thấm ướt dạng giọt nước nhỏ được quan sát trên bề mặt.

2: Sự thấm ướt được quan sát trên một nửa của bề mặt, và tình trạng trong đó sự thấm ướt nhỏ bị thấm vào vải được quan sát.

1: Sự thấm ướt được quan sát trên toàn bộ bề mặt.

(11) Đặc điểm của nhựa flo mà dùng để phủ vải và hầu như không chứa nhóm perfluoralkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn:

Nhựa flo mà dùng để phủ vải và hầu như không chứa nhóm perfluoralkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn được định rõ bằng hai phương pháp phân tích sau.

Phép phân tích 1: phương pháp sắc ký ion-đốt

Sự tồn tại hoặc không tồn tại flo được khẳng định bởi phương pháp sắc ký ion-đốt bằng cách sử dụng thiết bị sau.

Thiết bị: AQF-100 (do Mitsubishi Chemical Analytech Co., Ltd. sản xuất)

Ống đốt: Thạch anh

Nhiệt độ đốt: 1000°C

Cột: SurperIC-AZ (do Tosoh Corporation sản xuất)

Nhiệt độ: 40°C

Lưu lượng: 0,8 mL/phút

Phương pháp phát hiện: độ dẫn điện

Phân tích 2: TOF-SIMS

Việc nhựa flo hầu như không chứa nhóm perfluoralkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn được khẳng định theo m/z 377, m/z 427, và m/z 461 không bị phát hiện bằng phương pháp trong TOF-SIMS mà sử dụng thiết bị sau.

Thiết bị: TRIFT III (do Physical Electronics, Inc. sản xuất)

Ion chính: Ga⁺

Điện áp gia tăng: 15 kV

Dòng điện: 600 pA

Vùng phân tích: 200 μm $\times$ 200 μm

Ion phát hiện: ion dương

Súng phóng điện tử: có

Ví dụ sản xuất 1: sản xuất polyisoxyanat

Sau khi làm sạch phần bên trong của bình bốn cổ có máy khuấy, nhiệt kế, ống ngưng tụ hồi lưu, và ống thổi nitơ có nitơ, 1000 phần khối lượng HDI và 22 phần khối lượng trimethylolpropan (trọng lượng phân tử: 134) trong đó rượu ba lần được nạp vào bình. Trong khi khuấy, nhiệt độ trong bình phản ứng được duy trì ở nhiệt độ 90°C trong 1 giờ để thực hiện phản ứng uretan hoá. Sau đó, nhiệt độ của chất lỏng phản ứng được duy trì ở nhiệt độ 60°C, và sau đó bổ sung tetrametylamoni caprylat làm chất xúc tác cho phản ứng isoxyanua hoá. Khi tốc độ chuyển hoá bằng 48%, axit phosphoric được bổ sung để kết thúc phản ứng. Sau đó, chất lỏng phản ứng được lọc, và HDI không phản ứng sau đó được loại bỏ bằng cách sử dụng thiết bị chưng cất màng mỏng.

Polyisoxyanat tạo ra có độ nhớt ở nhiệt độ 25°C bằng 25.000 mPa.s, hàm lượng của các nhóm isoxyanat bằng 19,9% khối lượng, trọng lượng phân tử trung bình số bằng 1080, và số nhóm chức isoxyanat trung bình bằng 5,1.

Ví dụ sản xuất 2: sản xuất polyisoxyanat

Sau khi làm sạch phần bên trong của bình bốn cổ có máy khuấy, nhiệt kế, ống ngưng tụ hồi lưu, ống thổi nitơ, và phễu giọt có nitơ, 1000 phần trọng lượng HDI được nạp vào bình này. Trong khi khuấy, nhiệt độ trong bình phản ứng được duy trì ở nhiệt độ 70°C. Sau đó, tetrametylamoni caprylat được bổ sung làm chất xúc tác cho phản ứng isoxyanua hoá. Khi lượng tetrametylamoni

caprylat bằng 40%, axit phosphoric được bổ sung để kết thúc phản ứng. Sau khi lọc chất lỏng phản ứng, HDI không phản ứng được loại bỏ bằng cách sử dụng thiết bị chưng cất màng mỏng.

Polyisoxyanat tạo ra có độ nhớt ở nhiệt độ 25°C bằng 2700 mPa·s, hàm lượng của isoxyanat bằng 21,7%, trọng lượng phân tử trung bình số bằng 660, và số nhóm chức isoxyanat trung bình bằng 3,4.

Ví dụ 1

100 phần trọng lượng polyisoxyanat thu được trong ví dụ sản xuất 1, 1,5 phần khối lượng monool ("Excenol 908" (tên thương mại) do Asahi Glass Co., Ltd. sản xuất), 42,5 phần khối lượng polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu ("MPG-081" (tên thương mại) do Nippon Nyukazai Co., Ltd. sản xuất), và 0,01 phần khối lượng chất xúc tác cho phản ứng uretan hoá ("Neostann U-810" (tên thương mại) do Nitto Chemical Industry Co., Ltd. sản xuất) được nạp vào bình phản ứng giống như trong ví dụ sản xuất 1. Nhiệt độ trong bình phản ứng này được duy trì trong môi trường khí nitơ ở 80°C trong 2 giờ. Sau đó, bổ sung 39,4 phần khối lượng 3,5-dimethylpyrazol, và không có sự hấp thụ đặc trưng của nhóm isoxyanat được khẳng định trong phổ hồng ngoại (FT/IR-4000 (tên sản phẩm) do JASCO Corporation sản xuất).

Sau đó, 185 phần khối lượng nước được bổ sung với tốc độ 25 phần khối lượng/phút trong khi nhiệt độ chất lỏng được duy trì nằm trong khoảng từ 50°C đến 80°C. Nhiệt độ này được duy trì trong 10 phút sau khi bổ sung nước. Sau đó, 242,9 phần khối lượng nước được bổ sung với tốc độ 25 phần khối lượng/phút trong khi nhiệt độ chất lỏng được duy trì nằm trong khoảng từ 40°C đến 50°C. Chất lỏng được khuấy và được trộn trong 30 phút để thu được thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước trên cơ sở nước.

Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước thu được có nồng độ của polyisoxyanat khối bằng 30,0% khối lượng, nồng độ của nước bằng 70,0% khối lượng, đường kính hạt phân tán trung bình bằng 25 nm. Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước có độ bền của thể phân tán trong nước tuyệt vời.

Các ví dụ từ 2 đến 5 và từ 7 đến 9

Các quy trình sản xuất này được thực hiện theo cách giống như trong ví dụ 1 trừ việc những quy trình này được mô tả ở bảng 1. Kết quả của chúng được mô tả ở bảng 1.

Ví dụ 6

100 phần khối lượng polyisoxyanat thu được trong ví dụ sản xuất 1, 1,5 phần khối lượng monool ("Excenol 908" (tên thương mại) do Asahi Glass Co., Ltd. sản xuất), 42,5 phần khối lượng polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu ("MPG-081" (tên thương mại) do Nippon Nyukazai Co., Ltd. sản xuất), và 0,01 phần khối lượng chất xúc tác cho phản ứng uretan hoá ("Neostann U-810" (tên thương mại) do Nitto Chemical Industry Co., Ltd. sản xuất) được nạp vào bình phản ứng giống như trong ví dụ sản xuất 1. Nhiệt độ trong bình phản ứng được duy trì trong môi trường khí nitơ ở 80°C trong 2 giờ. Sau đó, 39,4 phần khối lượng 3,5-dimethylpyrazol được bổ sung, và không có sự hấp thụ đặc trưng của nhóm isoxyanat được khẳng định trong phổ hồng ngoại (FT/IR-4000 (tên sản phẩm) do JASCO Corporation sản xuất).

Sau đó, 427,9 phần khối lượng nước được bổ sung với tốc độ 25 phần khối lượng/phút trong khi nhiệt độ chất lỏng được duy trì ở 80°C. Chất lỏng được khuấy và được trộn trong 30 phút để thu được thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước trên cơ sở nước.

Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước thu được có nồng độ của polyisoxyanat khối bằng 30,0% khối lượng, nồng độ của nước bằng 70,0% khối lượng, đường kính hạt phân tán trung bình bằng 100 nm. Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước có độ bền của thể phân tán trong nước tuyệt vời.

Ví dụ so sánh 1

109,7 phần khối lượng polyisoxyanat thu được trong ví dụ sản xuất 1, 0,2 phần khối lượng monool ("Excenol 908" (tên thương mại) do Asahi Glass Co., Ltd. sản xuất), 27,5 phần khối lượng polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu ("MPG-081" (tên thương mại) do Nippon Nyukazai Co., Ltd. sản xuất), và

0,01 phần khối lượng chất xúc tác cho phản ứng uretan hoá ("Neostann U-810" (tên thương mại) do Nitto Chemical Industry Co., Ltd. sản xuất) được nạp vào bình phản ứng giống như trong ví dụ sản xuất 1. Nhiệt độ trong bình phản ứng được duy trì trong môi trường khí nitơ ở 80°C trong 2 giờ. Sau đó, 46,0 phần trọng lượng 3,5-dimethylpyrazol được bổ sung, và không có sự hấp thụ đặc trưng của nhóm isoxyanat được khẳng định trong phổ hồng ngoại (FT/IR-4000 (tên sản phẩm) do JASCO Corporation sản xuất).

Sau đó, 427,9 phần trọng lượng nước có nhiệt độ 15°C được bổ sung. Chất lỏng được khuấy và được trộn trong 30 phút để thu được thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước trên cơ sở nước.

Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước thu được có nồng độ của polyisoxyanat khối bằng 30,0% khối lượng, nồng độ của nước bằng 70,0% khối lượng, đường kính hạt phân tán trung bình bằng 262 nm. Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước có độ ổn định của thể phân tán trong nước kém.

Các ví dụ so sánh 2 và 3

Các quy trình sản xuất được thực hiện theo cách giống như trong ví dụ 1 trừ những quy trình được mô tả ở bảng 1. Kết quả của chúng được mô tả ở bảng 1.

Ví dụ so sánh 4

100 phần khối lượng polyisoxyanat thu được trong ví dụ sản xuất 2 và 150 phần trọng lượng methyl isobutyl keton được nạp vào bình phản ứng giống như của ví dụ sản xuất 1. Nhiệt độ trong bình phản ứng được gia nhiệt đến 80°C trong môi trường khí nitơ. Sau đó, 50 phần khối lượng 3,5-dimethylpyrazol được bổ sung, và không có sự hấp thụ đặc trưng của nhóm isoxyanat được khẳng định trong phổ hồng ngoại (FT/IR-4000 (tên sản phẩm) do JASCO Corporation sản xuất).

Sau đó, 3 phần dialkyl (mỡ bò hoá rắn) dimethyl amoni clorua và 30 phần polyme khối polyoxyetylen polyoxypropylen được bổ sung, và tiến hành khuấy. 221 phần khối lượng nước được bổ sung một cách từ từ. Sau khi bổ sung xong,

chất lỏng còn được phân tán trong máy trộn đều. Sau đó, methyl isobutyl keton được chưng cất dưới áp suất giảm, để thu được chất lỏng nhũ hoá có hàm lượng rắn bằng 45% và đường kính hạt phân tán trung bình bằng 170 nm.

	A-1	A-2	A-3	B	C	D-1	D-2	E	F	Nước	Nhiệt độ chất lỏng phản ứng khi bổ sung nước (°C)	A-1	A-2	A-3	B	C	D-1	D-2	Đường kính hạt phân tán trung bình	Độ bền của thể phân tán trong nước
Ví dụ 1	100	-	-	1,5	42,5	39,4	-	0,01	-	185/ 242,9	80-50/50-40	54,5	-	-	0,8	23,2	21,5	-	25	Tốt
Ví dụ 2	100	-	-	-	42,5	39,4	-	0,01	-	185/ 239,4	80-50/50-40	55	-	-	-	23,4	21,6	-	24	Tốt
Ví dụ 3	109,7	-	-	0,2	27,5	46	-	0,01	-	185/ 242,9	80-50/50-40	59,8	-	-	0,1	15	25,1	-	183	Khá tốt
Ví dụ 4	93,5	-	-	0,2	55	34,7	-	0,01	-	185/ 242,9	80-50/50-40	51	-	-	0,1	30	18,9	-	21	Tốt
Ví dụ 5	88,1	-	-	0,2	64,1	31	-	0,01	-	185/ 242,9	80-50/50-40	48	-	-	0,1	35	16,9	-	22	Tốt
Ví dụ 6	100	-	-	1,5	42,5	39,4	-	0,01	-	427,9	80	54,5	-	-	0,8	23,2	21,5	-	100	Tốt
Ví dụ 7	-	100	-	0,2	42,8	43,4	-	0,01	-	185/ 249,9	80-50/50-40	-	53,6	-	0,1	23	23,3	-	120	Khá tốt
Ví dụ 8	50	-	51,3	0,2	30	37,4	-	0,01	42	130/ 222,1	80-50/50-40	29,6	-	30,4	0,1	17,8	22,1	-	22	Tốt
Ví dụ 9	100	-	-	-	42,5	-	35,9	0,01	-	185/ 231,2	80-50/50-40	56,1	-	-	-	23,8	-	20,1	32	Tốt
Ví dụ so sánh 1	109,7	-	-	0,2	27,5	46	-	0,01	-	427,9	80-30	59,8	-	-	0,1	15	25,1	-	262	Kém
Ví dụ so sánh 2	112,7	-	-	0,2	22	48,5	-	0,01	-	185/ 242,9	80-50/50-40	61,5	-	-	0,1	12	26,4	-	663	Kém
Ví dụ so sánh 3	-	100	-	-	18,2	43,8	-	0,01	-	160/ 218	80-50/50-40	-	61,7	-	-	11,2	27,1	-	730	Kém
Ví dụ so sánh 4	-	100	-	-	-	50	-	-	-	221 (thể phân tán do chất nhũ hóa ngoại)		-	66,7	-	-	-	33,3	-	170	Tốt

A-1: Polyisoxyanat của ví dụ sản xuất 1

A-2: Polyisoxyanat của ví dụ sản xuất 2

A-3: Polyisoxyanat loại isoxyanurat của monome IPDI ("VESTANAT T1890/100" (tên thương mại) do Evonik Degussa Corporation sản xuất)

B: Monool ("Excenol 908" (tên thương mại) do Asahi Glass Co., Ltd. sản xuất)

C: Polyetylen oxit ("MPG-081" (tên thương mại) do Nippon Nyukazai Co., Ltd. sản xuất)

D-1: 3,5-dimetylpyrazol

D-2: Metyletylketoxim

E: Chất xúc tác cho phản ứng uretan hoá ("Neostann U-810" (tên thương mại) do Nitto Chemical Industry Co., Ltd. sản xuất)

F: Dipropylen glycol dimetyl ete

Ví dụ 10

100 phần khối lượng nguyên liệu dimetylaminoetanol đã được trung hoà chứa rượu polyhydric polyeste trên cơ sở nước "SETAL6306 SS-60 (tên thương mại)" (do NUPLEX Industries Ltd. sản xuất, nồng độ của nhóm hydroxyl: 2,7% khối lượng (tính theo nhựa), chỉ số axit: 43 mgKOH/g (tính theo nhựa), hàm lượng nhựa rắn: 60%, 133 phần khối lượng thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước thu được trong ví dụ 1, và 52 phần khối lượng dipropylen glycol monometyl ete được trộn với nhau, để tạo ra vật liệu phủ có hàm lượng rắn bằng 35% khối lượng. Vật liệu phủ này được phủ lên tấm polypropylen bằng thiết bị phun sao cho độ dày màng khô bằng 30 μm . Sau khi vật liệu phủ được để ở nhiệt độ phòng 15 phút, màng phủ được hóa rắn ở nhiệt độ 150°C trong 30 phút. Độ bền màng phủ bằng 22 MPa.

Các ví dụ từ 11 đến 18 và các ví dụ so sánh từ 5 đến 8

Các quy trình sản xuất được thực hiện theo cách giống như trong ví dụ 10 trừ thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước được mô tả ở bảng 2 được sử dụng. Các kết quả của độ bền màng phủ được thể hiện ở bảng 2.

Bảng 2

	Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước	Độ bền màng phủ (MPa)
Ví dụ 10	Ví dụ 1	22
Ví dụ 11	Ví dụ 2	23
Ví dụ 12	Ví dụ 3	15
Ví dụ 13	Ví dụ 4	4
Ví dụ 14	Ví dụ 5	3
Ví dụ 15	Ví dụ 6	22
Ví dụ 16	Ví dụ 7	23
Ví dụ 17	Ví dụ 8	31
Ví dụ 18	Ví dụ 9	4
Ví dụ so sánh 5	Ví dụ so sánh 1	15
Ví dụ so sánh 6	Ví dụ so sánh 2	20
Ví dụ so sánh 7	Ví dụ so sánh 3	23
Ví dụ so sánh 8	Ví dụ so sánh 4	35

Ví dụ 19

90 phần khối lượng "Asahi Guard AG-E061 (tên thương mại)" (do Asahi Glass Co., Ltd. sản xuất, hàm lượng rắn: 20%) làm chất xử lý sợi trên cơ sở flo, 6,7 phần khối lượng thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước thu được trong ví dụ 1, và 3,3 phần khối lượng nước được trộn với nhau, để tạo ra chất lỏng hỗn hợp có hàm lượng rắn bằng 20% khối lượng. Độ bền cơ học của chất lỏng hỗn hợp được đo. Kết quả, tỷ lệ khởi sinh khối kết tập bằng 0,03% khối lượng.

Nước được bổ sung vào chất lỏng hỗn hợp, và nồng độ nhựa của chất lỏng hỗn hợp được pha loãng đến 1,0% khối lượng, mà được sử dụng làm chất lỏng xử lý. Sau khi vải nylon (Mã 670108 của Japanese Standards Association-Hiệp hội tiêu chuẩn Nhật Bản) được nhúng vào chất lỏng xử lý, vải nylon này được ép bằng con lăn sao cho độ thấm ướt bằng 50%. Vải nylon được sấy ở nhiệt độ

120°C trong 60 giây, và tiếp tục được sấy ở nhiệt độ 170°C trong 60 giây. Vải nylon thu được được sử dụng làm mẫu vải thử nghiệm. Góc tiếp xúc bằng 95°, và kết quả của việc thử tính kỵ nước bằng 5.

Hơn nữa, mẫu vải thử nghiệm được giặt theo tiêu chuẩn JIS-L-0217-103. Attack (tên thương mại) do Kao Corporation sản xuất được sử dụng làm chất tẩy. Vải thử nghiệm sau 10 lần giặt được đánh giá. Góc tiếp xúc sau khi giặt là 93°, và kết quả thử tính kỵ nước bằng 5.

Flo được phát hiện trong phương pháp sắc ký ion-đốt. Tuy nhiên, nhựa flo mà dùng để phủ vải và hầu như không chứa nhóm perfluoralkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn không được phát hiện trong kết quả đo bằng TOF-SIMS.

Các ví dụ từ 20 đến 27 và các ví dụ so sánh từ 9 đến 12

Các quy trình sản xuất được thực hiện theo cách giống như trong ví dụ 19 trừ thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước được mô tả ở bảng 2 được sử dụng. Các kết quả của tỷ lệ khởi sinh khối kết tập, góc tiếp xúc, và thử nghiệm tính kỵ nước được thể hiện ở bảng 3.

Trong các ví dụ so sánh 9, 10 và 11, các thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước có độ ổn định kém, và khối kết tập bám vào bề mặt của mẫu vải thử nghiệm. Do đó, góc tiếp xúc và tính kỵ nước không thể đánh giá được.

	Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước	Độ bền cơ học: tỷ lệ khối sinh khối kết tập (% khối lượng)	Trước khi giặt		Sau 10 lần giặt		Tỷ lệ duy trì góc tiếp xúc (%)	Phương pháp sắc ký ion-đốt	TOF-SIMS (m/z) 377,427,461
			Góc tiếp xúc (độ)	Tính kỵ nước	Góc tiếp xúc (độ)	Tính kỵ nước			
Ví dụ 19	Ví dụ 1	0,03	95	5	93	5	98	phát hiện	không phát hiện
Ví dụ 20	Ví dụ 2	0,04	95	5	93	5	98	phát hiện	không phát hiện
Ví dụ 21	Ví dụ 3	0,19	96	5	94	5	98	phát hiện	không phát hiện
Ví dụ 22	Ví dụ 4	0,02	94	5	90	4	96	phát hiện	không phát hiện
Ví dụ 23	Ví dụ 5	0,02	92	4	87	3	94	phát hiện	không phát hiện
Ví dụ 24	Ví dụ 6	2,1	95	5	93	5	98	phát hiện	không phát hiện
Ví dụ 25	Ví dụ 7	5,2	94	5	91	4	97	phát hiện	không phát hiện
Ví dụ 26	Ví dụ 8	0,02	96	5	92	4	96	phát hiện	không phát hiện
Ví dụ 27	Ví dụ 9	0,1	92	4	86	3	93	phát hiện	không phát hiện
Ví dụ so sánh 9	Ví dụ so sánh 1	6,9	không đo được				không được đo		
Ví dụ so sánh 10	Ví dụ so sánh 2	8,2	không đo được				không được đo		
Ví dụ so sánh 11	Ví dụ so sánh 3	9,5	không đo được				không được đo		
Ví dụ so sánh 12	Ví dụ so sánh 4	15,4	94	5	87	3	92	phát hiện	không phát hiện

Đơn này trên cơ sở Đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản nộp ngày 25/10/2011 (số đơn 2011-233472), mà toàn bộ nội dung của đơn được kết hợp vào đây bằng cách viện dẫn.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo sáng chế, và chế phẩm xử lý sợi chứa thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước có thể được sử dụng một cách thích hợp trong các lĩnh vực như chất kỵ nước dùng cho sợi.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước chứa nước và polyisoxyanat khối có ít nhất các đơn vị thành phần từ 1) đến 3) dưới đây, polyisoxyanat khối có đường kính hạt phân tán trung bình ϕ nằm trong khoảng từ 1 đến 80 nm:

1) đơn vị polyisoxyanat có ít nhất một đơn vị monome diisoxyanat được chọn từ nhóm bao gồm monome diisoxyanat béo và monome diisoxyanat vòng béo;

2) đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu; và

3) đơn vị chất tạo khối.

2. Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo điểm 1, trong đó đường kính hạt phân tán trung bình ϕ của polyisoxyanat khối thỏa mãn công thức 1 dưới đây:

Công thức 1: $1 \leq \phi \leq 310 - 8 \times A$

trong đó A là % khối lượng đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu trong polyisoxyanat khối.

3. Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo điểm 1 hoặc 2, trong đó polyisoxyanat khối có thành phần như sau:

1) 45 đến 65% khối lượng đơn vị polyisoxyanat;

2) 15 đến 30% khối lượng đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu; và

3) 15 đến 30% khối lượng đơn vị chất tạo khối.

4. Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó đơn vị polyisoxyanat có số nhóm chức isoxyanat trung bình nằm trong khoảng từ 4 đến 20.

5. Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo điểm bất kỳ trong số các

điểm từ 1 đến 4, trong đó chất tạo khối là hợp chất pyrazol.

6. Thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó ít nhất một monome diisoxyanat là hexametylen diisoxyanat.

7. Chế phẩm xử lý sợi chứa:

nhựa flo hầu như không chứa nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn; và

thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6.

8. Vải được xử lý bằng chế phẩm xử lý sợi theo điểm 7.

9. Chế phẩm xử lý sợi chứa:

nhựa flo hầu như không chứa nhóm perfloalkyl có 8 nguyên tử cacbon hoặc nhiều hơn; và

thể phân tán polyisoxyanat khối trong nước chứa nước và polyisoxyanat khối có ít nhất các đơn vị thành phần 1) đến 3) dưới đây, polyisoxyanat khối có đường kính hạt phân tán trung bình ϕ nằm trong khoảng từ 1 đến 250 nm:

1) đơn vị polyisoxyanat có ít nhất một đơn vị monome diisoxyanat được chọn từ nhóm bao gồm monome diisoxyanat béo và monome diisoxyanat vòng béo;

2) đơn vị polyetylen oxit có nhóm hydroxyl ở một đầu; và

3) đơn vị chất tạo khối.

10. Vải được xử lý bằng chế phẩm xử lý sợi theo điểm 9.