



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

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



1-0029174

(51)⁷ C08J 9/16; C08J 9/12; C08J 9/34; B29C (13) B
44/34; C08J 9/14

(21) 1-2016-01378

(22) 17/10/2014

(86) PCT/EP2014/072309 17/10/2014

(87) WO 2015/055811 23/04/2015

(30) 13189353.9 18/10/2013 EP

(45) 25/08/2021 401

(43) 25/07/2016 340A

(73) BASF SE (DE)

67056 Ludwigshafen, Germany

(72) GUTMANN, Peter (DE); DÄSCHLEIN, Christian (DE); AHLERS, Jürgen (DE);
MARTEN, Elke (DE); KAMINSKY, Torben (DE); KEMPFERT, Dick (DE).

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

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT CHẤT ĐÀN HỒI DÈO NHIỆT GIẢN NỖ

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

(e) thêm monome và/hoặc oligome được sử dụng để tạo ra chất đàn hồi dẻo nhiệt cùng với hoặc không cùng với nguyên liệu ban đầu khác vào phần thứ nhất của thiết bị xử lý polyme,

(f) trộn monome và/hoặc oligome và cũng tùy ý thêm nguyên liệu ban đầu khác và để monome và/hoặc oligome phản ứng để tạo ra polyme nóng chảy ở phần thứ nhất của thiết bị xử lý polyme,

(g) chuyển polyme nóng chảy vào phần thứ hai của thiết bị xử lý polyme và thêm chất tạo xốp vật lý cùng với hoặc không cùng với nguyên liệu ban đầu khác để tạo ra polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp,

(h) đúc polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp này thành chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở, cụ thể là chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở dạng viên. Polyuretan dẻo nhiệt là một ví dụ về chất đàn hồi dẻo nhiệt được sử dụng trong quy trình này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc sử dụng chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở bao gồm, ví dụ, sản xuất tất cả các loại vật phẩm rắn dạng bột xốp, ví dụ, đệm tập thể dục, dụng cụ bảo vệ cơ thể, các bộ phận trang trí trong ô tô, bộ lọc âm và bộ giảm rung, bao bì đóng gói và đế giày dép. Quy trình được ưu tiên là đổ đầy các viên chất đàn hồi giãn nở vào khuôn và gia nhiệt để làm nóng chảy các viên rời này ban đầu ở trên bề mặt và nhờ đó kết hợp chúng với nhau. Sản phẩm trung gian có hình dạng phức tạp hoặc các khuôn thành phẩm phức tạp có các rãnh cắt có thể được tạo ra bằng cách này cũng như theo các cách đơn giản.

Chất liệu bột xốp, bao gồm cụ thể là bột dạng hạt, đã được biết rõ và được mô tả trong tài liệu, ví dụ, Ullmann's "Enzyklopädie der technischen Chemie", xuất bản lần thứ 4, quyển 20, trang 416.

WO-A 2007/082838 bộc lộ quy trình sản xuất polyuretan dẻo nhiệt, giãn nở chứa chất tạo xốp. Bước thứ nhất của quy trình này bao gồm ép đùn polyuretan dẻo nhiệt thành các viên. Các viên này được ngâm với chất tạo xốp trong huyền phù chứa nước trong điều kiện áp suất ở bước thứ hai và giãn nở ở bước thứ ba. Theo phương án khác của quy trình này, polyuretan dẻo nhiệt được làm nóng chảy trong máy ép đùn cùng với chất tạo xốp và khối nóng chảy được tạo viên mà không sử dụng máy tạo viên để tránh tạo bọt. Việc sản xuất polyuretan dẻo nhiệt và xử lý tiếp thành polyuretan dẻo nhiệt giãn nở trong cùng thiết bị không được mô tả.

Ví dụ, quy trình sản xuất chất đàn hồi polyuretan dẻo nhiệt có thể gia công đã được biết từ tài liệu EP-A 1 213 307. Polyuretan thu được bằng quy trình được

mô tả ở đây là polyuretan khối nén và không được sử dụng để tạo ra chất đàn hồi giãn nở.

WO-A 2011/005705 mô tả quy trình sản xuất polyuretan dạng bột xốp trong máy ép đùn. Monome được sử dụng để sản xuất polyuretan được đưa vào phần thứ nhất của máy ép đùn và chất tạo xốp được trộn ở khu vực thứ hai, sau đó thực hiện loại bỏ các hợp chất bay hơi luân phiên trong áp suất chân không. Sau đó, polyme nóng chảy sẽ tạo bột trong hoặc tại khu vực sau cùng của máy ép đùn hoặc chất liệu dạng bột xốp được ép. Ngay cả những thay đổi rất nhỏ trong quy trình sản xuất có thể tạo ra cấu trúc bột khác nhau, nên quy trình này cần phải được kiểm soát chặt chẽ để thu được bột đồng đều. Sản phẩm trung gian và vật phẩm hoàn thiện thu được chứa polyuretan liên kết ngang, sau đó không thể xử lý tiếp bằng cách ép nóng hoặc gia công nhiệt khác. Do đó, sản phẩm trung gian hoặc vật phẩm hoàn thiện mong muốn cần được đúc ở hình dạng cơ bản cuối cùng. Việc tạo ra hình dạng phức tạp với các rãnh cắt là không thể thực hiện được.

Việc sản xuất chất liệu polyuretan dẻo nhiệt giãn nở dạng viên đã được biết đến từ tài liệu DE-A 1 300 282. Tuy nhiên, quy trình gia công tiếp cần làm nóng chất liệu trở lại, ví dụ trong máy ép đùn, trong trường hợp này việc tạo bột thường đã diễn ra trong máy ép đùn. Đặc biệt, không thể sản xuất được chất liệu giãn nở dạng viên theo cách này.

WO-A 96/20966 mô tả quy trình trong đó các thành phần dùng để sản xuất polyuretan được trộn trong máy ép đùn, đưa lên băng tải và tạo bột và đóng rắn trên băng tải. DE-A 100 56 251 mô tả quy trình khác để sản xuất bột xốp polyuretan, trong đó bước đóng rắn monome để tạo ra polyuretan diễn ra ngay khi ra khỏi máy ép đùn. Cả WO-A 96/20966 lẫn DE-A 100 56 251 đều mô tả bột xốp được tạo thành từ polyuretan đóng rắn bằng nhiệt. Về nguyên tắc cơ bản, chúng không thích hợp để gia công tiếp trong khuôn như chất đàn hồi dẻo nhiệt. Đáng chú ý là hình dạng bột xốp polyuretan thu được từ WO-A 96/20966 rất hạn chế, vì quy trình băng chuyền chỉ có khả năng sản xuất bột xốp dạng tấm, không có đường bao xác định. Các chất liệu này không thể đúc trực tiếp thành vật phẩm có hình dạng, mà cần xử lý tiếp thành sản phẩm trung gian hoặc vật phẩm cuối cùng, ví dụ, bằng cách gia công hoặc cắt, trong trường hợp này có thể tạo ra một lượng lớn các

mảnh vụn. Không có chất liệu nào được mô tả trong hai tài liệu mà có thể ép nóng sau đó, vì các chất liệu này tạo thành liên kết ngang và do đó không còn mềm nữa. Kết quả là, không thể đúc trực tiếp các vật phẩm hoàn thiện có hình dạng phức tạp và chỉ có thể tạo ra các vật phẩm hoàn thiện có hình dạng phức tạp sau đó từ các chất liệu này với chi phí cao và bất tiện và tạo ra các mảnh vụn. Đặc biệt, không thể thu được dạng hạt trong các trường hợp này.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở, cụ thể là để sản xuất chất liệu giãn nở dạng viên có độ xốp xác định.

Mục đích này đạt được bằng quy trình sản xuất chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở, quy trình này bao gồm các bước sau:

- (a) thêm monome và/hoặc oligome được sử dụng để tạo ra chất đàn hồi dẻo nhiệt cùng với hoặc không cùng với nguyên liệu ban đầu khác vào phần thứ nhất của thiết bị xử lý polyme,
- (b) trộn monome và/hoặc oligome này và cũng tùy ý thêm nguyên liệu ban đầu khác vào và để monome này và/hoặc oligome phản ứng để tạo ra polyme nóng chảy ở phần thứ nhất của thiết bị xử lý polyme,
- (c) chuyển polyme nóng chảy vào phần thứ hai của thiết bị xử lý polyme và thêm chất tạo xốp vật lý cùng với hoặc không cùng với nguyên liệu ban đầu khác để tạo ra polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp,
- (d) đúc polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp này thành chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở.

Mô tả chi tiết sáng chế

Quy trình theo sáng chế đề xuất cách thức tạo ra vật phẩm trung gian dạng bột xốp, ví dụ chất liệu dạng viên giãn nở, chứa chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở trực tiếp, mà không cần thực hiện các bước xử lý can thiệp, từ monome và tùy ý sử dụng các chất phản ứng hoặc nguyên liệu ban đầu khác. Quy trình này còn đưa ra phạm vi thay đổi lớn đối với cấu trúc bột xốp. Hạt chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở thu được theo sáng chế còn có thể gia công được thành vật phẩm hoàn thiện có

hình dạng phức tạp bằng cách đúc, nghĩa là, không mất chi phí lớn hoặc bất tiện và không tạo ra mảnh vụn.

Điều kiện xử lý có thể thay đổi khi đúc ở bước (d) để tạo ra độ xốp khác nhau cho bột xốp và chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở có vỏ liên. Chẳng hạn, vỏ liên có thể được mong muốn xuất phát từ cảm giác. Vỏ liên cũng có thể được sử dụng để làm chậm hoặc thậm chí ngăn hoàn toàn quá trình độ ẩm đi vào chất đàn hồi dẻo nhiệt dạng bột xốp.

Ngoài thuật ngữ “chất đàn hồi”, sáng chế còn sử dụng thuật ngữ “polyme” theo cách dùng chung. Liên quan đến thành phần chính của chất đàn hồi dẻo nhiệt được sản xuất theo quy trình của sáng chế, thuật ngữ “polyme” đề cập đến chất đàn hồi dẻo nhiệt.

Thiết bị xử lý polyme hữu dụng có thể bao gồm cụ thể là các thiết bị pittông trục vít hoặc các bơm chất nóng chảy. Cũng có thể sử dụng thiết bị khác bất kỳ có khả năng sản xuất polyme và sau đó là các hạt polyme. Tuy nhiên, thiết bị pittông trục vít đặc biệt được ưu tiên.

Tốt hơn, nếu máy ép đùn được sử dụng làm thiết bị pittông trục vít để thực hiện quy trình theo sáng chế. Nói chung, khi mức độ chuyển hóa của monome và/hoặc oligome tăng, thì độ nhớt trong thiết bị bất kỳ được sử dụng cũng tăng lên.

Theo một phương án của sáng chế, các bước (b) và (c) được thực hiện trong một thiết bị. Trong trường hợp này, giai đoạn thứ nhất là phần thứ nhất của thiết bị pittông trục vít, trong phần này sự chuyển hóa monome và/hoặc oligome thành polyme diễn ra với sự có mặt hoặc không có mặt nguyên liệu ban đầu khác, và giai đoạn thứ hai là phần thứ hai của thiết bị pittông trục vít, phần này là phần ngay sau phần thứ nhất và là nơi mà chất tạo xốp vật lý được cấp vào. Thiết bị này đặc biệt thích hợp cho việc dùng máy ép đùn để sản xuất viên.

Theo cách khác, cũng có thể dùng thiết bị pittông trục vít thứ nhất để sản xuất polyme ở bước (b) và thiết bị pittông trục vít thứ hai để cấp chất tạo xốp vật lý ở bước (c), trong đó có liên kết giữa thiết bị pittông trục vít thứ nhất và thứ hai sao cho polyme nóng chảy thu được ở thiết bị pittông trục vít thứ nhất chuyển trực tiếp vào thiết bị pittông trục vít thứ hai. Do đó, polyme nóng chảy được cấp cho

thiết bị pittông trục vít thứ hai để thực hiện bước (c), tránh bước cần thiết khác làm nóng chảy polyme. Ví dụ về thiết bị có thể sử dụng ở đây là máy ép đùn kép, trong đó phần thứ nhất của thiết bị pittông trục vít là máy ép đùn thứ nhất của máy ép đùn kép và phần thứ hai của thiết bị pittông trục vít là máy ép đùn thứ hai của máy ép đùn kép.

Theo phương án đặc biệt được ưu tiên, máy ép đùn trục vít kép được sử dụng làm phần thứ nhất của thiết bị pittông trục vít. Máy ép đùn trục vít kép này được cấp monome và/hoặc oligome sử dụng để tạo ra chất đàn hồi dẻo nhiệt và còn tùy ý nguyên liệu ban đầu khác. Trong máy ép đùn trục vít kép, monome và/hoặc oligome được phản ứng để tạo ra chất đàn hồi dẻo nhiệt. Cấu hình của phần thứ nhất của thiết bị pittông trục vít trong trường hợp này là thời gian lưu đủ để chuyển hóa monome và/hoặc oligome được sử dụng thành chất đàn hồi dẻo nhiệt. Sự chuyển hóa này có thể đạt được, ví dụ, nhờ sự thay đổi chiều dài của giai đoạn thứ nhất, tốc độ quay của ít nhất một trục vít trong thiết bị pittông trục vít và độ cao hướng quay của trục vít. Từ số liệu hình học của giai đoạn thứ nhất và tốc độ quay của ít nhất một trục vít để xác định được thời gian lưu.

Phần thứ hai của thiết bị pittông trục vít là khi chất tạo xốp vật lý được thêm vào sau đó. Để đảm bảo sự phân bố đồng đều chất tạo xốp vật lý trong polyme nóng chảy, phần thứ hai của thiết bị pittông trục vít sẽ bao gồm, ví dụ, các thiết bị trộn thích hợp trên trục vít. Ngoài ra, máy trộn tĩnh cũng có thể được sử dụng ở đây.

Máy bơm chất nóng chảy cũng có thể được sử dụng luôn phiên với máy ép đùn. Để chất tạo xốp vật lý phân bố đồng đều trong polyme, tốt hơn nếu máy trộn tĩnh được bố trí sau máy bơm chất nóng chảy theo hướng ngược với hướng đi vào của hệ thống tạo viên.

Chất liệu dạng viên thường được sản xuất bằng cách ép polyme nóng chảy thành các sợi, sau đó cắt chúng thành chất liệu dạng viên. Nhờ việc phối trộn nó với chất tạo xốp vật lý, nên polyme nóng chảy khi ra khỏi máy ép đùn sẽ giãn nở do giảm áp suất để tạo ra sản phẩm bọt xốp, trong khi quá trình ép viên tạo ra chất liệu giãn nở dạng viên.

Theo một phương án được ưu tiên, chất liệu dạng viên thu được bằng cách ép polyme nóng chảy ở bước (d) đi qua khuôn ép tạo viên đã điều chỉnh nhiệt độ, sử dụng máy cắt để cắt khối polyme nóng chảy đã ép đi qua khuôn ép tạo viên đã điều chỉnh nhiệt độ thành các viên giãn nở riêng biệt và sử dụng dòng chất lỏng để đẩy các viên này ra khỏi buồng tạo viên. Theo phương án này, nhiệt độ khuôn ép tạo viên đã điều chỉnh nhiệt độ tốt hơn là nằm trong khoảng 150 đến 280°C.

Để tránh việc tạo bột xộp polyme nóng chảy một cách không kiểm soát trong buồng tạo viên và để thu chất liệu dạng viên được tạo bột đồng đều, thuận lợi hơn nếu áp suất buồng tạo viên bằng áp suất môi trường xung quanh. Đặc biệt tốt hơn nữa là làm ngập buồng tạo viên bằng chất lỏng, nếu vậy polyme nóng chảy dẻo nhiệt chứa chất tạo xộp sẽ được ép trực tiếp vào chất lỏng. Tốt hơn nếu nước là chất lỏng được sử dụng trong buồng tạo viên.

Để sản xuất viên giãn nở có vỏ liền, phương án được ưu tiên là đề xuất chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ chảy qua buồng tạo viên ở dạng dòng có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 60°C và áp suất nằm trong khoảng từ 0,7 đến 20 bar (0,07 đến 2 MPa) cao hơn áp suất môi trường, trong khi áp suất và nhiệt độ của chất lỏng trong buồng tạo viên và cả nhiệt độ khuôn ép tạo viên được chọn sao cho các viên này giãn nở trong chất lỏng được điều áp nhờ chất tạo xộp vật lý để tạo ra các viên giãn nở có vỏ liền.

Áp suất ép viên cần thiết ở máy ép viên trong thiết bị xử lý polyme và cả nhiệt độ cần thiết để nóng chảy phụ thuộc vào chất đàn hồi được xử lý và phụ thuộc vào cả nguyên liệu phụ trợ được sử dụng và chất tạo xộp vật lý được sử dụng. Áp suất cần thiết và nhiệt độ cần thiết còn phụ thuộc vào tỷ lệ trộn giữa các thành phần chất đàn hồi.

Trong buồng tạo viên, polyme được ép đi qua khuôn ép tạo viên đã điều chỉnh nhiệt độ được tạo khuôn thành các sợi mà máy cắt chia nhỏ thành các viên giãn nở riêng biệt. Máy cắt có thể ở dạng thanh gạt quay nhanh, ví dụ. Hình dạng của các viên thu được phụ thuộc vào hình dạng và kích cỡ các lỗ trong khuôn ép tạo viên và cũng phụ thuộc vào áp suất mà chất liệu nóng chảy ép qua các lỗ trong khuôn ép tạo viên và phụ thuộc vào tốc độ của máy cắt. Đối với áp lực ép, tốt hơn nếu tốc độ của máy cắt và kích cỡ các lỗ trong khuôn ép tạo viên được chọn sao

cho hình dạng các viên gần như là hình cầu. Mỗi quan hệ giữa số thanh gạt, số lỗ và tốc độ thanh gạt quay là đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này.

Các viên này được xuất ra khỏi buồng tạo viên bằng cách sử dụng, ví dụ, chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ chảy qua buồng tạo viên. Việc lựa chọn áp suất và nhiệt độ đối với chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ sao cho các sợi polyme/viên được giãn nở theo cách được kiểm soát nhờ chất tạo xốp vật lý để tạo thành vỏ liên trên bề mặt các viên.

Ví dụ, các viên cùng với chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ chảy vào máy sấy trong đó các viên này được tách ra khỏi chất lỏng. Các viên giãn nở đã tạo sẵn có thể được gom vào đồ chứa, trong khi chất lỏng được lọc và quay trở lại buồng tạo viên nhờ máy bơm.

Việc ép viên trong chất lỏng được điều áp trong đó nhiệt độ của chất lỏng là trong sự kiểm soát để tránh polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp khỏi sự giãn nở không kiểm soát được, trong đó có thể không xảy ra sự hình thành vỏ liên. Ban đầu, các hạt này sẽ có mật độ khối thấp, nhưng sẽ lại nhanh chóng mất ổn định. Kết quả là các hạt không đồng đều có mật độ khối cao và tính đàn hồi thấp. Quy trình theo sáng chế làm chậm sự giãn nở của viên theo cách được kiểm soát để tạo ra các hạt có cấu trúc đồng đều mà có vỏ liên và cấu trúc tế bào ở mặt trong, trong đó kích cỡ tế bào là nhỏ ở trên bề mặt và tăng dần vào tâm. Kích cỡ tế bào ở tâm là nhỏ hơn 250 μm , tốt hơn là nhỏ hơn 100 μm . Mật độ khối của viên giãn nở thường nằm trong khoảng từ 30 g/l đến 250 g/l và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 80 g/l đến 140 g/l.

Sự giãn nở viên được khống chế bằng cách kiểm soát áp suất và nhiệt độ của chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ trong buồng tạo viên và còn bằng cách kiểm soát nhiệt độ của khuôn ép tạo viên. Khi các viên giãn nở quá nhanh và/hoặc theo cách không kiểm soát được, nghĩa là không tạo ra vỏ liên, áp suất của chất lỏng trong buồng tạo viên được nêu và/hoặc nhiệt độ của chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ trong buồng tạo viên giảm đi. Áp suất tăng của chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ xung quanh các viên làm mất tác dụng giãn nở của chất tạo xốp vật lý và kìm hãm sự giãn nở của các viên này. Việc giảm nhiệt độ của chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt

độ trong buồng tạo viên làm cho vỏ hạt dày hơn và do đó chịu giãn nở tốt hơn. Khi chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ ở áp suất quá cao hoặc nhiệt độ quá thấp so với chất tạo xốp vật lý được sử dụng, thì sự giãn nở của các viên này có thể bị cản trở quá mức hoặc thậm chí bị dừng hoàn toàn, các viên tạo ra có mật độ khối quá cao. Trong trường hợp này, áp suất của chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ trong buồng tạo viên được giảm đi và/hoặc nhiệt độ của chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ được tăng lên.

Tốt hơn nếu viên giãn nở được sản xuất từ polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp khi áp suất trong chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ chảy qua buồng tạo viên nằm trong khoảng 0,7 bar (0,07 MPa) đến 20 bar (2, MPa). Áp suất trong chất lỏng tốt hơn là nằm trong khoảng 5 đến 15 bar (0,5 đến 1,5 MPa) và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 10 đến 15 bar (1 đến 1,5 MPa).

Ngoài hoặc loại trừ việc điều chỉnh áp suất và/hoặc nhiệt độ của chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ trong buồng tạo viên, sự giãn nở của viên cũng có thể bị ảnh hưởng do nhiệt độ của khuôn ép tạo viên đã điều chỉnh nhiệt độ. Hạ nhiệt độ của khuôn ép tạo viên đã điều chỉnh nhiệt độ có tác dụng giải phóng nhiệt rất nhanh từ polyme nóng chảy ra môi trường. Việc này thúc đẩy sự hình thành vỏ liền, là điều kiện tiên quyết đối với viên tạo bột xốp bền. Nếu nhiệt độ của khuôn ép tạo viên đã điều chỉnh nhiệt độ và/hoặc của chất lỏng trong buồng tạo viên quá thấp, polyme nóng chảy sẽ lạnh quá nhanh và đóng rắn trước khi có thể bắt đầu giãn nở thích hợp. Việc giãn nở của viên nhờ chất tạo xốp vật lý chứa trong nó là trở ngại rất lớn để tạo ra viên có mật độ khối quá cao. Do đó, nhiệt độ của chất lỏng đã điều chỉnh nhiệt độ trong buồng tạo viên và/hoặc nhiệt độ của khuôn ép tạo viên đã điều chỉnh nhiệt độ được tăng lên trong trường hợp này.

Nhiệt độ của chất lỏng trong buồng tạo viên tốt hơn là nằm trong khoảng 10°C đến 60°C mục đích để các viên có thể trải qua sự giãn nở có kiểm soát, trong đó tạo ra vỏ được tạo bột xốp liền. Nhiệt độ của chất lỏng tốt hơn là nằm trong khoảng 25°C đến 45°C. Nhiệt độ của khuôn ép tạo viên đã điều chỉnh nhiệt độ tốt hơn là nằm trong khoảng 150°C đến 280°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 220°C đến 260°C và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 245°C đến 255°C.

Nhiệt độ quá mức trên phần khuôn ép tạo viên dẫn đến vỏ trên bề mặt của hạt mỏng và dẫn đến phá hủy bề mặt chậm hơn. Nhiệt độ quá thấp trên một phần của khuôn ép tạo viên làm giảm mức độ giãn nở và làm cho bề mặt trên hạt dày, không tạo bọt xốp.

Chất liệu dạng viên thu được bằng cách sử dụng quy trình theo sáng chế tốt hơn là có trọng lượng hạt nằm trong khoảng từ 1 đến 40 mg. Mật độ chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 đến 350 g/l.

Theo sáng chế, thuật ngữ chất tạo xốp vật lý mô tả chất tạo xốp, có cấu trúc hóa học được giữ không đổi trong quá trình giãn nở, tình trạng kết tụ của nó có thể thay đổi trong quá trình giãn nở và là thể khí đối với quá trình giãn nở. Chất tạo xốp, ví dụ, được mô tả trong tài liệu *Thermoplastic Foam Processing Principles and Development*, được biên soạn bởi Richard Gendron, CRC Press, 2005.

Theo một phương án được ưu tiên, chất tạo xốp vật lý bao gồm cacbon đioxit, nitơ hoặc hỗn hợp chứa cacbon đioxit và nitơ. Hỗn hợp chứa nitơ và cacbon đioxit mong muốn bất kỳ có thể được sử dụng ở đây. Tuy nhiên, hỗn hợp chứa cacbon đioxit và nitơ chứa 50% trọng lượng đến 100% trọng lượng cacbon đioxit và 0% trọng lượng đến 50% trọng lượng nitơ được ưu tiên sử dụng làm chất tạo xốp. Theo cách khác hoặc ngoài ra, chất tạo xốp cũng có thể chứa chất tạo xốp hữu cơ, ví dụ alkan, hydrocacbon được halogen hóa hoặc hỗn hợp của nó. Alkan hữu dụng cho chất tạo xốp này bao gồm, ví dụ, etan, propan, butan và pentan. Việc sử dụng riêng CO₂ và/hoặc N₂ và cả hỗn hợp của chúng làm chất tạo xốp mà không thêm chất tạo xốp khác là đặc biệt thuận lợi, vì chúng là khí trơ, không dễ cháy, sao cho không có khí quyển có khả năng gây nổ nào sinh ra trong quá trình sản xuất. Điều đó làm cho việc giữ an toàn với chi phí cao là không cần thiết và làm giảm mạnh nguy cơ tiềm ẩn trong quá trình sản xuất. Cũng thuận lợi là các sản phẩm này không cần phải bảo quản để dễ bay hơi thành khí để bắt lửa trước khi sản phẩm được vận chuyển đi.

Ngoài ra, các ưu điểm khác xuất hiện khi thêm một hoặc nhiều chất tạo nhân vào polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp. Chất tạo nhân hữu dụng bao gồm, đặc biệt là, bột tan, canxi florua, natri phenylphosphinat, nhôm oxit, cacbon đen, than chì graphit, chất nhuộm màu và polytetrafloetylen phân tán mịn ở dạng riêng

lẻ hoặc nếu không thì ở dạng hỗn hợp bất kỳ. Bột tan đặc biệt được ưu tiên để sử dụng làm chất tạo nhân. Tỷ lệ của tổng khối lượng chế phẩm tạo khuôn dẻo nhiệt hoặc của polyme nóng chảy mà dùng cho chất tạo nhân tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 4% trọng lượng và đặc biệt là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% trọng lượng. Chất tạo nhân có thể được thêm vào ở giai đoạn thứ nhất hoặc ở giai đoạn thứ hai.

Chất tạo xốp vật lý có thể được thêm, ví dụ, qua van phun sử dụng thiết bị cấp khí hoặc lỏng phụ thuộc vào tình trạng vật lý của chất tạo xốp vật lý, vào thiết bị xử lý polyme.

Chất đàn hồi dẻo nhiệt sử dụng để sản xuất chất liệu giãn nở dạng viên được chọn, ví dụ, từ chất giãn nở polyeste dẻo nhiệt, ví dụ polyeteeste hoặc polyesteeste, copolyamit dẻo nhiệt, ví dụ polyetecopolyamit, hoặc copolyme của styren khối ví dụ copolyme của styren butadien khối. Được ưu tiên đặc biệt đối với chất đàn hồi dẻo nhiệt là polyuretan dẻo nhiệt.

Ngoài monome và/hoặc oligome phản ứng để tạo ra chất đàn hồi dẻo nhiệt, các nguyên liệu ban đầu khác có thể được thêm vào. Hỗn hợp các nguyên liệu ban đầu khác có thể được sử dụng để điều chỉnh các tính chất vật lý và/hoặc hóa học của chất đàn hồi. Ngoài ra, chất xúc tác còn có thể tùy ý được thêm vào làm nguyên liệu ban đầu khác để xúc tác phản ứng của monome và/hoặc oligome tạo ra polyme.

Các chất phụ gia khác có thể được chọn, ví dụ, từ chất tạo nhân, chất có hoạt tính bề mặt, chất độn, chất chống cháy, ví dụ, hệ chứa phospho, chất tạo nhân, chất ổn định oxy hóa, chất ổn định khác bổ sung, ví dụ chất chống thủy phân, tác nhân ánh sáng, tác nhân nhiệt hoặc tác nhân làm biến màu, tác nhân tăng cường và chất làm dẻo, chất hỗ trợ làm trượt và tháo khuôn, thuốc nhuộm và chất nhuộm màu và cả các hỗn hợp mong muốn bất kỳ của chúng. Khi chất độn được sử dụng, chúng có thể là bột hữu cơ và/hoặc vô cơ hoặc chất liệu sợi và cả hỗn hợp của chúng. Đường kính hạt trung bình hoặc, trong trường hợp chất độn dạng sợi, chiều dài của chất độn nằm trong khoảng kích cỡ tế bào hoặc nhỏ hơn. Được ưu tiên nếu đường kính hạt trung bình hoặc chiều dài sợi trung bình nằm trong khoảng từ 0,1 đến 100 μm , tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 50 μm .

Khi polyuretan dẻo nhiệt được sử dụng, polyuretan dẻo nhiệt có thể là polyuretan dẻo nhiệt mong muốn bất kỳ đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này. Polyuretan dẻo nhiệt và các phương pháp sản xuất chúng được mô tả bao quát, ví dụ, trong Gerhard W. Becker and Dietrich Braun, *Kunststoffhandbuch*, quyển 7, "Polyurethane", Carl Hanser Verlag, Munich, Vienna, 1993.

Theo phương án được ưu tiên, polyuretan dẻo nhiệt được sản xuất bằng cách cho hỗn hợp isoxyanat phản ứng với các hợp chất isoxyanat hoạt tính, tốt hơn là có phân tử lượng nằm trong khoảng 0,5 kg/mol đến 10 kg/mol ở dạng monome hoặc oligome, và tùy ý chất kéo dài mạch, tốt hơn là có phân tử lượng nằm trong khoảng 0,05 kg/mol đến 0,5 kg/mol. Theo phương án được ưu tiên khác, polyuretan dẻo nhiệt được sản xuất bằng cách thêm tiếp vào hỗn hợp này ít nhất một chất chuyển mạch, chất xúc tác và tùy ý ít nhất một chất độn, chất phụ trợ và/hoặc chất pha lẫn.

Điều chế polyuretan dẻo nhiệt cần ở tỷ lệ bất kỳ của hỗn hợp các hợp chất isoxyanat và isoxyanat hoạt tính. Việc thêm tiếp chất kéo dài mạch, chất chuyển mạch, chất xúc tác và chất độn, chất phụ trợ và/hoặc chất pha lẫn là tùy ý và có thể diễn ra riêng biệt hoặc trong tất cả các biến đổi có thể có.

Các phương án được ưu tiên dùng isoxyanat béo, vòng béo và/hoặc thơm làm isoxyanat hữu cơ. Đặc biệt được ưu tiên là sử dụng diisoxyanat thơm, béo và/hoặc vòng béo. Ví dụ về diisoxyanat được ưu tiên là trimetylen diisoxyanat, tetrametylen diisoxyanat, pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, heptametylen diisoxyanat, octametylen diisoxyanat, 2-metyl-1,5-pentametylen diisoxyanat, 2-etyl-1,4-butylen diisoxyanat, 1,5-pentametylen diisoxyanat, 1,4-butylen diisoxyanat, 1-isoxyanato-3,3,5-trimetyl-5-isoxyanatometylxcyclohexan, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xcyclohexan, 1,3-bis(isoxyanatometyl)xcyclohexan, 1,4-xyclohexan diisoxyanat, 1-metyl-2,4-xyclohexan diisoxyanat, 1-metyl-2,6-xyclohexan diisoxyanat, 2,2'-đixyclohexylmetan diisoxyanat, 2,4'-đixyclohexylmetan diisoxyanat, 4,4'-đixyclohexylmetan diisoxyanat, 2,2'-diphenylmetan diisoxyanat, 2,4'-diphenylmetan diisoxyanat, 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, 1,5-naphtylen diisoxyanat, 2,4-tolylen diisoxyanat, 2,6-tolylen

điisoxyanat, diphenylmetan điisoxyanat, 3,3'-dimetylbiphenyl điisoxyanat, 1,2-diphenyletan điisoxyanat và phenylen điisoxyanat.

Ngoài isoxyanat, chế phẩm tạo khuôn dẻo nhiệt được cấu tạo bởi hợp chất có ít nhất hai nhóm chứa hydro, isoxyanat hoạt tính. Tốt hơn, nếu nhóm chứa hydro, isoxyanat hoạt tính là nhóm hydroxyl. Đặc biệt được ưu tiên đối với hợp chất có ít nhất hai nhóm chứa hydro, isoxyanat hoạt tính được chọn từ polyeterol, polyesterol và polycarbonat diol. Trong nội dung sáng chế này, polyesterol, polyeterol và/hoặc polycarbonat diol còn thường được xếp vào nhóm gọi là “polyol”.

Tốt hơn, nếu polyuretan dẻo nhiệt được sản xuất từ rượu polyete. Đặc biệt ưu tiên sử dụng polyete diol ở đây. Polytetrahydrofuran là polyete diol được ưu tiên đặc biệt. Ưu tiên sử dụng rượu polyete, ví dụ polytetrahydrofuran có phân tử lượng nằm trong khoảng 0,6 kg/mol đến 2,5 kg/mol. Rượu polyete được sử dụng riêng biệt hoặc nếu không thì ở dạng hỗn hợp các rượu polyete khác nhau.

Theo phương án thay thế, rượu polyeste được sử dụng để sản xuất polyuretan dẻo nhiệt. Polyeste diol được sử dụng cho việc sản xuất này theo phương án được ưu tiên. Polyeste diol được ưu tiên được sản xuất từ axit adipic và 1,4-butandiol. Các phương án được ưu tiên của rượu polyeste có phân tử lượng nằm trong khoảng 0,6 kg/mol đến 2,5 kg/mol.

Theo phương án được ưu tiên khác, polyol sử dụng để sản xuất polyuretan dẻo nhiệt có phân tử lượng nằm trong khoảng 0,5 kg/mol đến 8 kg/mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 0,6 kg/mol đến 6 kg/mol và đặc biệt là nằm trong khoảng 0,8 kg/mol đến 4 kg/mol. Theo phương án được ưu tiên khác, polyol có chức trung bình nằm trong khoảng 1,8 đến 2,3, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng 1,9 đến 2,2 và đặc biệt là 2. Theo phương án đặc biệt được ưu tiên, polyol là rượu polyeste, tốt hơn là được tổng hợp từ polytetrahydrofuran và có phân tử lượng nằm trong khoảng 0,6 kg/mol đến 2,5 kg/mol theo phương án được ưu tiên khác.

Khi polyuretan dẻo nhiệt được sản xuất bằng cách sử dụng chất kéo dài mạch, tốt hơn nếu chất kéo dài mạch là hợp chất béo, thơm và/hoặc vòng béo, theo phương án được ưu tiên khác, có phân tử lượng nằm trong khoảng 0,05 kg/mol đến

0,5 kg/mol. Chất kéo dài mạch, ví dụ, là các hợp chất có hai nhóm chức, ví dụ diamin và/hoặc alkandiol có 2 đến 10 nguyên tử cacbon trong gốc alkylen, đặc biệt là 1,4-butandiol, 1,6-hexandiol và/hoặc di-, tri-, tetra-, penta-, hexa-, hepta-, octa-, nona- và/hoặc decaalkylen glycol có 3 đến 8 nguyên tử cacbon và oligo- và/hoặc polypropylen glycol tương ứng. Các phương án khác để sản xuất polyuretan dẻo nhiệt dùng hỗn hợp của các chất kéo dài mạch.

Khi chất chuyển mạch được sử dụng, chúng thường có phân tử lượng nằm trong khoảng 0,03 kg/mol đến 0,5 kg/mol. Chất chuyển mạch là các hợp chất chỉ có một nhóm chức isoxyanat. Ví dụ về chất chuyển mạch là các rượu đơn chức, amin đơn chức, tốt hơn là metylamin và/hoặc polyol đơn chức. Chất chuyển mạch có thể được sử dụng để kiểm soát một cách cụ thể các đặc tính chảy của hỗn hợp các thành phần riêng lẻ. Theo các phương án được ưu tiên, chất chuyển mạch được sử dụng ở lượng nằm trong khoảng 0 phần trọng lượng đến 5 phần trọng lượng và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 phần trọng lượng đến 1 phần trọng lượng, dựa trên 100 phần trọng lượng hợp chất có ít nhất hai nhóm chứa hydro, isoxyanat hoạt tính. Chất chuyển mạch được sử dụng ngoài chất kéo dài mạch hoặc thay cho chất kéo dài mạch.

Phương án khác dùng ít nhất một chất xúc tác để sản xuất polyuretan dẻo nhiệt để xúc tác, đặc biệt là, phản ứng giữa các nhóm isoxyanat của diisoxyanat và các hợp chất isoxyanat hoạt tính, tốt hơn là nhóm hydroxyl, của hợp chất có ít nhất hai nhóm chứa hydro, isoxyanat hoạt tính, chất chuyển mạch và chất kéo dài mạch. Theo phương án được ưu tiên, chất xúc tác được chọn từ nhóm amin bậc ba, ví dụ trietylamin, dimethylxyclohexylamin, N-metylmorpholin, N,N'-dimethylpiperazin, 2-(dimethylaminoethoxy)etanol, diazabicyclo(2,2,2)octan và các chất tương tự. Theo phương án được ưu tiên khác, ít nhất một chất xúc tác được chọn từ nhóm các hợp chất hữu cơ kim loại và, được nêu làm ví dụ, là titanate este, hợp chất sắt, ví dụ sắt(III) axetylaxetonat, hợp chất thiếc, ví dụ thiếc diacetat, thiếc dioctoat, thiếc đilaurat hoặc muối thiếc dialkyl của axit carboxylic béo như dibutyl thiếc diacetat, dibutyl thiếc đilaurat hoặc tương tự.

Một số phương án dùng các chất xúc tác riêng lẻ, trong khi các phương án khác dùng hỗn hợp các chất xúc tác. Chất xúc tác được dùng trong một phương án

được ưu tiên là hỗn hợp các chất xúc tác ở lượng nằm trong khoảng từ 0,0001% trọng lượng đến 0,1% trọng lượng, dựa trên hợp chất có ít nhất hai nhóm chứa hydro, isoxyanat hoạt tính, tốt hơn là hợp chất polyhydroxy.

Chất phụ trợ và/hoặc chất pha trộn hữu dụng bao gồm, ví dụ, chất kiểm soát thủy phân và chất chống cháy. Các chất pha trộn và chất phụ trợ khác có thể thấy rõ từ các tài liệu chuẩn như, ví dụ, Gerhard W. Becker and Dietrich Braun, *Kunststoffhandbuch*, quyển 7 “Polyurethane”, Carl Hanser Verlag, Munich, Vienna, 1993.

Ngoài chất xúc tác, mà cũng không sử dụng chất xúc tác, chất kiểm soát thủy phân, ví dụ polyme và carbodiimide có phân tử lượng thấp, còn có thể được thêm vào isoxyanat và hợp chất có ít nhất hai nhóm chứa hydro, isoxyanat hoạt tính để sản xuất polyuretan dẻo nhiệt.

Theo phương án khác, polyuretan dẻo nhiệt có thể chứa hợp chất phospho.

Để cài đặt độ cứng Shore của polyuretan dẻo nhiệt, các hợp chất có ít nhất hai nhóm chứa hydro, isoxyanat hoạt tính và chất kéo dài mạch có thể được thay đổi trong tỷ lệ mol tương đối rộng. Theo các phương án được ưu tiên, tỷ lệ mol của các hợp chất có ít nhất hai nhóm chứa hydro, isoxyanat hoạt tính so với tổng chất kéo dài mạch được sử dụng là nằm trong khoảng từ 10:1 đến 1:10, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5:1 đến 1:8 và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1:1 đến 1:4, độ cứng của polyuretan dẻo nhiệt tăng khi hàm lượng chất kéo dài mạch tăng. Tốt hơn nếu độ cứng Shore nằm trong khoảng từ A44 đến D30, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ A62 đến A95, tốt nhất là nằm trong khoảng từ A62 đến A85. Độ cứng Shore được xác định theo DIN 53505 cho dạng khối nén, nghĩa là, polyuretan dẻo nhiệt, không giãn nở.

Theo phương án được ưu tiên khác, phản ứng tạo ra polyuretan dẻo nhiệt được thực hiện ở các chỉ số thông thường. Chỉ số được xác định ở dạng tỷ lệ của tổng số nhóm isoxyanat của diisoxyanat thơm, béo và/hoặc vòng béo được sử dụng trong phản ứng với tổng số nhóm isoxyanat hoạt tính, nghĩa là, số hydro hoạt tính trong hợp chất có ít nhất hai nhóm chứa hydro, isoxyanat hoạt tính và chất kéo dài mạch. Chỉ số 100 nghĩa là có một nguyên tử hydro hoạt tính, nghĩa là, chức

isoxyanat hoạt tính của hợp chất có ít nhất hai nhóm chứa hydro, isoxyanat hoạt tính và chất kéo dài mạch trên mỗi nhóm isoxyanat của diisoxyanat thơm, béo và/hoặc vòng béo. Các chỉ số trên 100 nghĩa là có nhiều nhóm isoxyanat hơn nhóm isoxyanat hoạt tính, ví dụ nhóm hydroxyl.

Theo phương án đặc biệt được ưu tiên, phản ứng tạo ra polyuretan dẻo nhiệt diễn ra ở chỉ số nằm trong khoảng 60 đến 120 và tốt hơn nữa là ở chỉ số nằm trong khoảng 80 đến 110.

Ngoài ra, chế phẩm tạo khuôn dẻo nhiệt có thể tùy ý chứa ít nhất một chất phụ gia. Thuật ngữ chất phụ gia gồm chất độn, chất phụ trợ và chất pha trộn và cả chất chuyển mạch, chất kéo dài mạch và chất xúc tác đã mô tả ở trên. Chất phụ gia có thể được sử dụng trong hỗn hợp mong muốn bất kỳ. Phân đoạn chứa tổng khối lượng chế phẩm tạo khuôn dẻo nhiệt chỉ định cho chất phụ gia tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 80% trọng lượng.

Theo sáng chế, nguyên liệu sử dụng để sản xuất polyuretan dẻo nhiệt được thêm vào phần thứ nhất của thiết bị xử lý polyme. Chúng có thể được thêm qua cửa nạp kết hợp ở đầu vào để đi vào thiết bị xử lý polyme hoặc qua hai hoặc nhiều cửa nạp được phân bố dọc theo chiều dài của thiết bị xử lý polyme, đặc biệt là thiết bị pittông trục vít. Được ưu tiên là thêm monome và/hoặc oligome vào và còn tùy ý chất xúc tác cần thiết thứ nhất và chất phụ gia khác để thiết lập các tính chất của polyme ở cửa sau, sau khi sẵn có ít nhất một phần monome và/hoặc oligome được phản ứng để tạo thành polyme.

Máy ép đùn trục kép là một ví dụ thiết bị xử lý polyme thích hợp để sản xuất chất liệu giãn nở dạng viên. Chiều dài của máy ép đùn trục kép được chọn sao cho có thể tiếp sau vùng tạo áp là vùng mà monome và/hoặc oligome phản ứng để tạo ra polyme. Đặc biệt thuận lợi cho mục đích này là chọn chiều dài máy ép đùn trục kép sao cho áp suất có thể được tạo ra dọc theo chiều dài ít nhất là 15 L/D, trong đó L/D mô tả tỷ lệ giữa chiều dài với đường kính, ngược hướng với đầu ra của giai đoạn thứ hai. Ít nhất một bộ phận vận chuyển hoặc bộ phận khuấy trộn giới hạn, tốt hơn là hai đến ba bộ phận vận chuyển hoặc bộ phận khuấy trộn giới hạn, có thể được sử dụng để tách các vùng phản ứng và vùng tạo áp với nhau. Việc thiết lập áp suất đầu ra của phản ứng giữa monome và/hoặc oligome có thể được

đảm bảo, ví dụ, nhờ cấu tạo của các chi tiết trực vít, thông số xử lý, như tốc độ trực vít, và/hoặc việc sử dụng máy bơm kiểu bánh răng ở đầu ra của máy ép đùn. Việc này tạo ra áp suất trong máy ép đùn trực kép không nhỏ hơn 50 bar (5 MPa), tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 100 bar (6 đến 10 MPa) cao hơn áp suất môi trường. Đó là trong vùng mà áp suất này chiếm ưu thế khi chất tạo xốp vật lý được thêm vào, ví dụ qua van phun sử dụng thiết bị công tơ khí. Sau khi thêm, các bộ phận trộn trộn chất tạo xốp vật lý đồng đều với polyme nóng chảy theo chiều dài không nhỏ hơn 5 L/D, tốt hơn là không nhỏ hơn 10 L/D. Để chuyển vật liệu nóng chảy chứa chất tạo xốp, các chi tiết băng tải có thể còn được đưa ra trên ít nhất một trực vít của máy ép đùn trực kép.

Theo một phương án thay thế, tiếp sau phần thứ nhất của thiết bị xử lý polyme là dòng nóng chảy có chứa chất tạo xốp vật lý làm giai đoạn thứ hai. Trong trường hợp này, giai đoạn thứ hai còn bao gồm máy bơm chất nóng chảy và máy trộn tĩnh. Dòng nóng chảy, ví dụ, là ống đùn nóng tại đó polyme nóng chảy đi qua và vào nơi chất tạo xốp vật lý có thể được đưa vào. Cũng như vậy, van phun có thể được cấp cho thiết bị này và thiết bị công tơ khí được sử dụng để thêm chất tạo xốp. Máy bơm chất nóng chảy thiết kế áp suất cần thiết để ép polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp vật lý được thêm vào đi qua máy trộn tĩnh và công cụ ép viên. Máy bơm chất nóng chảy có thể được đặt ở vị trí giữa dòng nóng chảy và máy trộn tĩnh hoặc theo cách khác là giữa giai đoạn thứ nhất và dòng nóng chảy. Khi máy bơm chất nóng chảy được đặt giữa dòng nóng chảy và máy trộn tĩnh, thì cần định hình giai đoạn thứ nhất sao cho có thiết kế áp suất ở giai đoạn thứ nhất trong quá trình phản ứng của monome và/hoặc oligome để tạo ra polyme, và hơn thế nữa, áp suất cũng đủ để chuyển polyme nóng chảy đi qua dòng nóng chảy. Cần thiết hơn là nối dòng nóng chảy với giai đoạn thứ nhất theo cách trực tiếp hoặc qua đường ống.

Máy trộn tĩnh được sử dụng để phân phối chất tạo xốp vật lý đồng đều trong polyme nóng chảy. Tốt hơn, nếu máy trộn tĩnh được gia nhiệt để tránh đóng rắn polyme nóng chảy, và ví dụ, được cấu tạo bởi các thành phần trộn có chiều dài xử lý ít nhất là 1 L/D, tốt hơn là chiều dài bằng ít nhất 5 L/D, và được cấu tạo sao cho

thời gian lưu của polyme nóng chảy là nhiều hơn 0,5 giây, tốt hơn là nhiều hơn 3 giây.

Sau đó, tiếp sau máy ép đùn trực kép hoặc máy trộn tĩnh là hệ thống thích hợp để sản xuất chất liệu dạng viên, đặc biệt là thiết bị ép viên.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Tại điểm 6 L/D từ đầu ngược hướng của bộ phận xử lý của máy ép đùn vít kép Coperion GmbH ZSK43 được sử dụng làm máy ép đùn phản ứng để trộn và tổng hợp polyuretan dẻo nhiệt, thêm 2 mol 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, 1 mol polytetrametylen glycol có khối lượng mol là 1000 g/mol, 1 mol 1,4-butandiol và cả 0,2 phần trọng lượng chất tạo nhân bột tan và 30 phần triệu (parts per million: ppm) chất xúc tác thiếc (II) dioctoat, trộn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 180 đến 220°C và tiến hành phản ứng. Khoảng cách 6 L/D được chọn để dừng chảy ngược monome vào thiết bị dẫn động. Monome chảy ngược được cuốn lại bằng trục vít để vận chuyển theo hướng của băng chuyền.

Hỗn hợp phản ứng được chuyển từ máy ép đùn phản ứng vào máy ép đùn hai trục kép Coperion GmbH ZSK92 được sử dụng làm máy ép đùn chính. Phễu nạp của máy ép đùn chính được đặt ở vị trí 6 L/D từ đầu ngược dòng của bộ phận xử lý. Trong máy ép đùn chính, phản ứng tiếp tục diễn ra ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200 đến 240°C. Tại điểm 15 L/D từ đầu sản phẩm ra của máy ép đùn chính, 0,2 phần trọng lượng nitơ và 1,5 phần trọng lượng cacbon đioxit được sử dụng làm chất tạo xốp vật lý được phun vào polyme nóng chảy bằng cách sử dụng trạm công tơ khí. Máy bơm chất nóng chảy tác dụng lực ép polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp đi qua khuôn ép tạo viên đã điều chỉnh nhiệt độ ở 200°C vào buồng tạo viên nơi mà dòng nước chảy qua. Các lỗ trong khuôn ép tạo viên có đường kính 1,8 mm. Thanh gạt quay trong buồng tạo viên chặt polyme nóng chảy ở bề mặt của khuôn ép tạo viên thành các viên có trọng lượng hạt là 20 mg. Nước, có áp suất 10 bar (1 MPa) và nhiệt độ 30°C, xuất các viên này ra khỏi buồng tạo viên và chuyển chúng vào máy sấy ly tâm. Trong máy sấy ly tâm, các viên này

được tách ra khỏi nước và sấy khô. Do đó, mật độ khối của chất liệu giãn nở dạng viên thu được là 140 g/l.

Ví dụ 2

Ví dụ 1 được lặp lại ngoại trừ chất tạo xốp vật lý được sử dụng là 0,2 phần trọng lượng nitơ và 2 phần trọng lượng cacbon đioxit. Các lỗ trong khuôn ép tạo viên có đường kính 2,4 mm. Nước chảy qua buồng tạo viên có áp suất 5 bar (0,5 MPa) và nhiệt độ 20°C. Các viên thu được theo cách này có trọng lượng hạt 32 mg và mật độ khối 120 g/l.

Ví dụ 3

Ví dụ 1 được lặp lại ngoại trừ chất tạo xốp vật lý được sử dụng là 0,3 phần trọng lượng nitơ và 2,5 phần trọng lượng cacbon đioxit. Tiếp sau máy ép đùn chính là dòng nóng chảy tại đó chất tạo xốp vật lý được phun vào. Tiếp sau dòng nóng chảy là máy bơm chất nóng chảy nhờ đó polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp vật lý được ép vào máy trộn tĩnh đã điều chỉnh nhiệt độ ở 240°C, mà được sử dụng làm hệ thiết bị phân tán. Tiếp sau máy trộn tĩnh là khuôn ép tạo viên có các lỗ đường kính 1 mm và qua đó polyme nóng chảy được ép vào buồng tạo viên. Do đó, chất liệu dạng viên thu được được điều chỉnh thành hạt có trọng lượng 5 mg. Nước chảy qua buồng tạo viên có áp suất 20 bar (0,2 MPa) và nhiệt độ 35°C. Do đó, mật độ khối của chất liệu dạng viên thu được là 100 g/l.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở, trong đó quy trình này bao gồm các bước:
 - (a) thêm monome và/hoặc oligome được sử dụng để tạo ra chất đàn hồi dẻo nhiệt cùng với hoặc không cùng với nguyên liệu ban đầu khác vào phần thứ nhất của thiết bị xử lý polyme,
 - (b) trộn monome và/hoặc oligome này và cũng tùy ý thêm nguyên liệu ban đầu khác và để monome và/hoặc oligome phản ứng để tạo ra polyme nóng chảy ở phần thứ nhất của thiết bị xử lý polyme,
 - (c) chuyển polyme nóng chảy vào phần thứ hai của thiết bị xử lý polyme và thêm chất tạo xốp vật lý cùng với hoặc không cùng với nguyên liệu ban đầu khác để tạo ra polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp,
 - (d) đúc polyme nóng chảy chứa chất tạo xốp này thành chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở.
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó thiết bị xử lý polyme là thiết bị pittông trực vít.
3. Quy trình theo điểm 2, trong đó phần thứ nhất của thiết bị pittông trực vít và phần thứ hai của thiết bị pittông trực vít là các bộ phận của máy ép đùn.
4. Quy trình theo điểm 2, trong đó phần thứ nhất của thiết bị pittông trực vít là máy ép đùn thứ nhất của máy ép đùn kép và phần thứ hai của thiết bị pittông trực vít là máy ép đùn thứ hai của máy ép đùn kép.
5. Quy trình theo điểm 1, trong đó phần thứ hai của thiết bị xử lý polyme bao gồm máy bơm chất nóng chảy, tùy ý cùng với bộ lọc chất nóng chảy hoặc máy trộn tĩnh.
6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở là chất liệu giãn nở dạng viên.
7. Quy trình theo điểm 6, trong đó chất liệu dạng viên thu được bằng cách ép polyme nóng chảy ở bước (d) đi qua khuôn ép tạo viên được điều chỉnh nhiệt

độ đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150 đến 280°C, bằng cách sử dụng máy cắt để cắt khối polyme nóng chảy được ép qua khuôn ép tạo viên đã được điều chỉnh nhiệt độ thành các viên giãn nở riêng biệt và sử dụng dòng chất lỏng để đẩy các viên này ra khỏi buồng tạo viên.

8. Quy trình theo điểm 7, trong đó dòng chất lỏng đã được điều chỉnh nhiệt độ chảy qua buồng tạo viên là dòng chất lỏng có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 60°C và áp suất nằm trong khoảng từ 0,7 đến 20 bar (0,07 đến 2 MPa) cao hơn áp suất môi trường.
9. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 6 đến 8, trong đó chất liệu giãn nở dạng viên có trọng lượng hạt nằm trong khoảng từ 1 đến 40 mg.
10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó chất tạo xốp chứa cacbon đioxit, nitơ hoặc hỗn hợp của cacbon đioxit và nitơ.
11. Quy trình theo điểm 10, trong đó chất tạo xốp chứa từ 50% trọng lượng đến 100% trọng lượng cacbon đioxit và từ 0% trọng lượng đến 50% trọng lượng nitơ và không chứa chất tạo xốp khác.
12. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó chất tạo xốp bao gồm chất tạo xốp hữu cơ được chọn từ alkan, hydrocacbon được halogen hóa hoặc hỗn hợp của chúng.
13. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó chất đàn hồi dẻo nhiệt là polyuretan dẻo nhiệt.
14. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở có tỷ trọng nằm trong khoảng từ 30 đến 350 g/l.
15. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 14, trong đó chất đàn hồi dẻo nhiệt giãn nở có vỏ liền.