



(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)



1-0029940

(51)⁷ C08G 18/80; C08L 75/04; C08J 5/06

(13) B

(21) 1-2014-00603

(22) 25/02/2014

(30) 13180630.9 16/08/2013 EP

(45) 25/11/2021 404

(43) 25/06/2014 315A

(73) EMS-PATENT AG (CH)

Via Innovativa, CH-7013 Domat/Ems, Switzerland

(72) Dr. rer. nat. Andreas KAPLAN (DE).

(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Thảo Thọ Quyền (INVENCO.,LTD)

(54) CHẤT DÍNH DẠNG BỘT VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CHẤT DÍNH DẠNG BỘT

(57) Sáng chế đề cập đến chất dính dạng bột dùng cho các lớp gia cố vải dệt mà có thể phân tán trong nước bao gồm:

a) ít nhất một isoxyanat phân tử thấp được che ít nhất một phần với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 97% khối lượng, nhờ đó ít nhất một isoxyanat phân tử thấp có khối lượng mol nhỏ hơn hoặc bằng 500g/mol,

b) alkyl naphtalen sulfonat dưới dạng chất thấm ướt với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 3% khối lượng, và ngoài ra

c) chất phụ gia với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 10% khối lượng, các chất liên kết được loại trừ, với điều kiện là các thành phần chế phẩm a + b + c tạo ra 100% khối lượng.

Ngoài ra, sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất chất dính dạng bột.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chất dính dạng bột dùng cho các lớp gia cố mà có thể phân tán trong nước và khác biệt bởi chứa isoxyanat phân tử thấp được che một phần và alkyl naphtalen sulfonat dưới dạng chất thấm ướt và có thể cả chất phụ gia. Ngoài ra, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất chất dính dạng bột như vậy để xử lý lớp gia cố để sản xuất các sản phẩm cao su được gia cố.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã chứng tỏ là có lợi trong việc sản xuất các sản phẩm cao su được gia cố sợi nếu, để cải thiện độ dính, chất dính được sử dụng giữa lớp gia cố vải dệt và cao su. Cụ thể, chất dính như vậy là quan trọng trong lĩnh vực lõi lớp xe dưới dạng lớp gia cố và các vật liệu composit chịu tải cao khác bằng các sợi gia cố. Cụ thể, trong lĩnh vực lõi lớp xe thì đã biết sử dụng các hệ latec resorxinol formaldehyt (resorcinol formaldehyde latex - RFL) để liên kết các sợi tổng hợp với các sản phẩm cao su. Điều này có thể được thực hiện theo phương pháp kỹ thuật sao cho, trong quy trình một bước, việc tẩm chi tiết gia cố bằng hỗn hợp của RFL và chất dính được thực hiện.

Ngoài ra các quy trình hai bước là đã biết từ giải pháp kỹ thuật đã biết, trong đó trước tiên việc tẩm chi tiết gia cố bằng chất dính và hợp chất glycidyl được thực hiện và tiếp đó, trong bước thứ hai, việc sử dụng RFL được thực hiện.

Các chất dính phối hợp đặc biệt cũng đã được biết từ giải pháp kỹ thuật đã biết đối với các quy trình như vậy. Công bố đơn yêu cầu cấp patent Đức số DE 19913042 A1 mô tả chất dính để xử lý lớp gia cố để sản xuất các sản phẩm cao su được gia cố ở dạng thể phân tán trong nước. Do đó chất dính được dựa trên cơ sở các isoxyanat.

Hơn nữa, chất dính dạng bột là đã biết từ công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP 2450389 A1 cũng có thể phân tán trong nước và bao gồm

isoxyanat phân tử thấp, chất thấm ướt, và cả ít nhất một chất dính và có thể cả chất xúc tác và/hoặc chất phụ gia. Do đó, việc sản xuất chất dính này được thực hiện sao cho isoxyanat được che được sử dụng dưới dạng thể phân tán và chất liên kết dưới dạng dung dịch và được khuấy trong nước cùng với các chất phụ gia khác. Sau đó, thể phân tán này được nghiền đến cỡ hạt mong muốn bằng cách nghiền ướt và sau đó được sấy, tốt hơn nếu là sấy phun tầng sôi.

Tuy nhiên, trong trường hợp chất dính nêu trên, sẽ bất lợi nếu cỡ hạt có thể đạt được và mức phân bố cỡ hạt vẫn không thỏa mãn một cách đầy đủ. Ngoài ra, phương pháp sản xuất chất dính này là phức tạp và không có tính kinh tế qua đường phân tán gián tiếp và nghiền ướt.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất chất dính dạng bột dùng cho các lớp gia cố vải dệt mà có thể phân tán trong nước và có quy trình sản xuất được đơn giản hóa và khoảng phân bố cỡ hạt hẹp và, tuy nhiên, có độ phân tán tương đương.

Mục đích này đạt được bởi các dấu hiệu nêu trong điểm 1 yêu cầu bảo hộ, bằng phương pháp có các dấu hiệu nêu trong điểm 14 yêu cầu bảo hộ.

Chất dính theo sáng chế chứa ít nhất một isoxyanat phân tử thấp được che ít nhất một phần với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 97% khối lượng, nhờ đó ít nhất một isoxyanat phân tử thấp có khối lượng mol nhỏ hơn hoặc bằng 500g/mol và alkyl naphtalen sulfonat dưới dạng chất thấm ướt với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 3% khối lượng và có thể cả chất phụ gia với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 10% khối lượng, chất liên kết được loại trừ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chất dính theo sáng chế khác biệt so với giải pháp kỹ thuật đã biết, cụ thể là đối với chất dính theo công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP 2450389 A1, bởi hoàn toàn không có chất liên kết và bởi chất thấm ướt đặc biệt, tức là alkyl naphtalen sulfonat, nằm trong các giới hạn thể hiện trong điểm 1 yêu cầu bảo hộ.

Do đó điều quan trọng theo sáng chế là, trong trường hợp chất dính theo sáng chế, chất liên kết có thể được bỏ qua hoàn toàn và rằng chất thấm ướt đã chọn cụ thể có mặt trong khoảng lượng được xác định chính xác. Mặc dù hoạt động diễn ra không có chất liên kết, nhưng chế phẩm dạng bột có tính chất tương đương hoặc thậm chí tốt hơn so với giải pháp kỹ thuật đã biết, cụ thể là với công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP 2450389 A1. Do đó đã cho thấy rằng quan trọng là chất thấm ướt được chứa trong chất dính với lượng nằm trong khoảng từ 3 đến 15% khối lượng. Nếu chất thấm ướt với lượng nhỏ hơn 3% khối lượng (đối với tổng khối lượng của isoxyanat được che và chất thấm ướt) được sử dụng, thể phân tán thỏa mãn không còn được tạo ra. Một mặt, điều này dẫn đến các tổn hao vật liệu và, mặt khác, dẫn đến độ dính không đủ của lõi lớp xe hoặc lõi băng tải truyền động với cao su (độ dính tróc). Trong trường hợp chất thấm ướt với lượng lớn hơn 15% khối lượng, độ dính của lõi với cao su cũng có thể bị giảm. Độ dính với lõi, ví dụ với lõi lớp xe hoặc lõi băng tải truyền động, được quyết định bởi độ dính tróc. Do đó, độ dính tróc phải ít nhất là 140 N/in². Trong trường hợp giá trị độ dính thấp hơn, việc sử dụng đáng tin cậy sản phẩm cao su được gia cố, ví dụ lớp hoặc băng tải truyền động, không còn được tạo ra.

Trong trường hợp chất dính theo sáng chế thì quan trọng là các alkyl naphtalen sulfonat duy nhất, tốt hơn nếu là natri diisobutyl naphtalen sulfonat được sử dụng làm chất thấm ướt. Cụ thể, đã thấy rằng việc chọn chất thấm ướt này là có lợi trong việc sản xuất chất dính theo sáng chế vì cả chất thấm ướt lẫn isoxyanat đều có thể được sử dụng làm các chất khơi mào dạng bột và vì vậy việc nghiền khô đơn giản để đạt được cỡ hạt mong muốn có thể được thực hiện mà không làm tổn hao chất thấm ướt.

Việc kết hợp chất thấm ướt được chọn nêu trên với isoxyanat theo sáng chế có ưu điểm thêm nữa là việc sử dụng chất liên kết có thể được loại trừ. Các chất liên kết thường được sử dụng trong lĩnh vực này để cho phép tạo ra bột có lượng bụi thấp có thể chảy được. Chất liên kết mà thường được sử dụng trong trường hợp chất dính từ giải pháp kỹ thuật đã biết là các chất liên kết mà được chọn từ nhóm gồm các copolyme rượu vinylic-vinyl axetat, polyvinylpyrrolidon, rượu polyvinylic, muối của axit polyacrylic, copolyme của muối của axit

polyacrylic, polysacarit, tinh bột, xenluloza, gôm guar, axit tragacantin, dextran, alginat và các dẫn xuất carboxymetyl-, metyl-, hydroxyetyl-, hydroxypropyl của chúng, casein, protein đậu tương, gelatin, lignin sulfonat và hỗn hợp của chúng. Vì vậy, các chất liên kết loại này được loại trừ theo sáng chế.

Isoxyanat phân tử thấp được sử dụng trong trường hợp chất dính theo sáng chế có khối lượng mol ≤ 500 g/mol, tốt hơn nếu khối lượng mol nằm trong khoảng từ 90 đến 400 g/mol và đặc biệt tốt hơn nếu khối lượng mol nằm trong khoảng từ 150 đến 300 g/mol. Ví dụ về các isoxyanat phân tử thấp như vậy là:

4,4'-diphenylmetan diisoxyanat (4,4'-MDI),

2,4'-diphenylmetan diisoxyanat (2,4'-MDI),

3,4'-diphenylmetan diisoxyanat (3,4'-MDI),

2,2'-diphenylmetan diisoxyanat (2,2'-MDI),

2,3'-diphenylmetan diisoxyanat (2,3'-MDI),

2,4-toluen diisoxyanat, 2,6-toluen diisoxyanat,

1-isoxyanato-3-isoxyanatometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexan, 1,4-naphtalen diisoxyanat (1,4-NDI), 1,5-naphtalen diisoxyanat (1,5-NDI), isophoron diisoxyanat (IPDI), hexametylen diisoxyanat (HDI) hoặc hỗn hợp của chúng.

Theo sáng chế, còn tốt hơn nếu ít nhất một isoxyanat phân tử thấp được che một phần được phong bế một phần hoặc hoàn toàn. Ví dụ về các chất phong bế, có thể kể đến là monophenol, cụ thể là phenol, resorxinol, cresol, trimetylphenol hoặc tert.butylphenol, lactam, cụ thể là ϵ -caprolactam, δ -valerolactam hoặc laurinlactam, oxim, cụ thể là metyl etyl ketoxim (butanon oxim), metyl amyl ketoxim (heptanon oxim) hoặc xyclohexanon oxim, hợp chất tạo ra enol dễ dàng, cụ thể là este của axit axetoaxetic, axetylaxeton hoặc dẫn xuất của axit malonic, rượu bậc một, bậc hai hoặc bậc ba, glycol etc, amin thơm bậc hai, imit, isoxyanat, mercaptan, triazol và cả hỗn hợp của chúng.

Trong trường hợp của chất dính theo sáng chế, đặc biệt ưu tiên nếu ít nhất một isoxyanat phân tử thấp được che ít nhất một phần là uretdion. Các uretdion

là isoxyanat được dime hóa. Do đó sự dime hóa có thể được thúc đẩy bởi các chất xúc tác cơ bản, như pyridin hoặc tert.phosphan, isoxyanat thơm nhờ đó dime hóa ngay cả không có chất xúc tác. Ví dụ ưu tiên về uretdion như vậy là uretdion của diphenylmetan diisoxyanat (MDI).

Vì uretdion được che bởi chính nó, trong quá trình đốt cháy chất dính mà được phủ trên lớp gia cố, ví dụ lõi, cụ thể là lõi lớp xe hoặc lõi băng tải truyền động, không có chất dễ bay hơi nào được giải phóng, vì lý do đó các trục lăn và con lăn của thiết bị phủ cho thấy các lớp phủ hoặc tạp chất ít hơn rất nhiều vì vậy thời gian gián đoạn để làm sạch được giảm nhiều.

Trái với MDI mà được che bằng ϵ -caprolactam và được sử dụng ngày nay phần lớn duy nhất dưới dạng chất dính, việc xử lý bằng uretdion của MDI có thể diễn ra ở nhiệt độ cháy thấp khoảng 60°C. Nhờ nhiệt độ cháy thấp, lớp gia cố đã xử lý, ví dụ lõi lớp xe hoặc lõi băng tải truyền động, mềm hơn, tức là mềm dẻo hơn, và cho thấy các điểm đứt ít hơn. Do độ mềm dẻo gia tăng của lớp gia cố đã xử lý, thay vì glyxidyl ete trên cơ sở etylen glycol mà được sử dụng hiện nay cùng với chất dính, cả glyxidyl ete của các rượu polyhydric, ví dụ như sorbitol, có thể được sử dụng. Thực tế là điều này dẫn đến việc làm cứng một chút lớp gia cố đã xử lý nhưng cũng dẫn đến tác động cháy quá mức được cải thiện và dẫn đến tác động lão hóa được cải thiện mà không làm cho lớp gia cố đã xử lý về tổng thể có độ cứng quá cao, ví dụ lõi lớp xe hoặc lõi băng tải truyền động, cần được tính đến.

Chế phẩm dính theo sáng chế, ngoài các thành phần gồm isoxyanat phân tử thấp và alkyl naphtalen sulfonat làm chất thấm ướt, mà là cần thiết với sáng chế, còn có thể chứa các chất phụ gia theo tỷ lệ khối lượng quy định. Có thể kể đến dưới dạng các chất phụ gia, chất xúc tác, chất khử bọt, cụ thể là rượu mạch dài, glycol polyme cao, etoxylat của axit béo, trialkyl metyl amin, silicon hoặc hỗn hợp của chúng, các silicon đặc biệt ưu tiên ở dạng nhũ tương silicon, chất màu, cụ thể là muội than và/hoặc chất độn, cụ thể là silicat, và cả hỗn hợp của chúng.

Tốt hơn nếu chất dính chứa ít nhất một isoxyanat phân tử thấp được che

một phần với lượng nằm trong khoảng từ 90 đến 96% khối lượng, tốt hơn nếu từ 93 đến 96% khối lượng và đặc biệt tốt hơn nếu từ 94 đến 95,5% khối lượng và cả alkyl naphtalen sulfonat dưới dạng chất thấm ướt với lượng nằm trong khoảng từ 4 đến 10% khối lượng, tốt hơn nếu từ 7 đến 4% khối lượng, đặc biệt tốt hơn nếu từ 6 đến 4,5% khối lượng. Các chất phụ gia có thể được chứa với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% khối lượng, tổng của các thành phần riêng biệt cần là 100% khối lượng.

Trong trường hợp chất dính theo sáng chế, đặc biệt tốt hơn nếu chất dính này chỉ chứa isoxyanat được che và alkyl naphtalen sulfonat theo tỷ lệ khối lượng quy định. Đặc biệt ưu tiên là chất dính này chứa ít nhất một isoxyanat được che với lượng 95% khối lượng và alkyl naphtalen sulfonat với lượng 5% khối lượng.

Bột phân tán được của chất dính có đường kính hạt trung bình nằm trong khoảng từ 0,1 đến 40 μm , tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,2 đến 20 μm và đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,3 đến 12 μm .

Đường kính hạt bột được xác định bởi chính bột bằng cách đo laze theo tiêu chuẩn ISO 13320. Cỡ hạt bột theo sáng chế thấp hơn đáng kể so với cỡ hạt bột theo công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP 2 450 389 A1, mà nằm trong khoảng từ 50 đến 50000 μm . Điều này có thể góp phần vào thực tế là, trong lĩnh vực kỹ thuật này, các chất liên kết mà dẫn đến sự kết tụ được chứa trong chế phẩm vì vậy các hạt lớn hơn đáng kể được tạo ra. Vì vậy chất dính theo sáng chế có ưu điểm là các hạt nhỏ, mà sau đó kích cỡ của nó không còn thay đổi trong quá trình phân tán, có sẵn trong bột.

Điều này cũng được xác nhận bởi sự kiểm tra mà được thực hiện đối với độ phân tán.

Tính chất phân tán của bột thu được được xác định như sau. Trong cốc có mỏ bằng thủy tinh, nước đã khử ion được đưa vào và nước này được khuấy bằng bộ phận khuấy từ. Mẫu thử cần được làm phân tán được bổ sung. Độ phân tán được đánh giá bằng mắt sau 1 phút và sau 10 phút khuấy và đánh giá bằng số từ 0 đến 100, 0 nghĩa là không có sự phân tán và 100 là phân tán hoàn toàn.

Phân bố cỡ hạt (giá trị d_{50} và d_{95}) của thể phân tán thu được sau 10 phút được xác định bằng cách đo laze theo tiêu chuẩn ISO 13320. Đã cho thấy rằng giá trị d_{50} của bột theo sáng chế tối đa là 5 μm , tốt hơn nếu tối đa 2 μm và đặc biệt tốt hơn nếu tối đa 1,5 μm . Do đó, giá trị d_{95} của chế phẩm dạng bột theo sáng chế tối đa là 10 μm , tốt hơn nếu tối đa 6 μm và đặc biệt tốt hơn nếu tối đa 5 μm .

Đường kính hạt bột càng nhỏ, xu hướng lắng của nó trong bể nhúng trong quá trình phủ lõi và vì vậy thời gian sử dụng bể nhúng càng thấp, giá trị d_{95} là tiêu chuẩn quan trọng hơn so với giá trị d_{50} vì trong trường hợp của giá trị d_{95} cũng phát hiện được các hạt lớn hơn.

Việc đo laze được thực hiện theo nguyên lý nhiễu xạ laze bằng máy đo hạt Cilas 1064 của Quantachrome GmbH (Đức).

Độ dính tróc được xác định, theo ASTM 4393, trên mảnh thử nghiệm tám lớp có kết cấu đối xứng (2 lớp lõi và 6 lớp cao su, xem Fig.2, ASTM 4393). Thử nghiệm kéo căng được thực hiện ở nhiệt độ đo 23°C với tốc độ kéo căng 20 mm/phút. Thử nghiệm kéo căng được đánh giá theo lựa chọn 1 của ASTM 4393. Dưới dạng lõi, sợi có tính năng lõi không hoạt hóa HMLS Polyeste, 1,100 x 1 x 2 dtex, ZS 470, 1 x 50 được sử dụng và, dưới dạng cao su, Continental B458, độ dày 0,4 mm. Sự lưu hóa được thực hiện ở nhiệt độ 154°C và áp suất 6,5 bar (650Kpa) trong 30 phút.

Ngoài ra, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất chất dính dạng bột dùng cho lớp gia cố vải dệt mà có thể phân tán trong nước. Phương pháp theo sáng chế khác biệt bởi isoxyanat phân tử thấp được che ít nhất một phần với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 97% khối lượng, trong đó ít nhất isoxyanat phân tử thấp có khối lượng mol nhỏ hơn hoặc bằng 500g/mol, alkyl naphtalen sulfonat dưới dạng chất thấm ướt với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 3% khối lượng và có thể cả các chất phụ gia dạng bột, được nghiền khô, với điều kiện là việc nghiền khô được thực hiện sao cho mức phân bố cỡ hạt (giá trị d_{50} và d_{95}) của thể phân tán thu được sau mười phút trong nước đã khử ion bằng cách đo laze theo ISO 13320 là, đối với giá trị d_{50} , tối đa 5 μm và, đối với giá trị d_{95} , tối

đa 10 μm . Đối với phương pháp theo sáng chế, các khả năng nêu trên trong trường hợp chất dính áp dụng một cách tự nhiên đối với tỷ lệ khối lượng, các thành phần chế phẩm, cỡ hạt bột và phân bố cỡ hạt của thể phân tán.

Ưu điểm của phương pháp theo sáng chế là, đặc biệt là bằng cách nghiền khô, cỡ hạt bột nhỏ có thể được thiết lập trong các giới hạn quy định từ 0,1 μm đến 40 μm . Tiếp đó cỡ hạt được duy trì trong quá trình tạo ra thể phân tán.

Các thành phần của chất dính – isoxyanat phân tử thấp được che ít nhất một phần, chất thấm ướt và có thể cả các chất phụ gia – được trộn trong thiết bị trộn bột và sau đó được nghiền khô. Tuy nhiên các thành phần có thể được định lượng riêng biệt trong máy nghiền.

Trong trường hợp của phương pháp theo sáng chế, đã chứng tỏ là có lợi nếu việc nghiền khô được thực hiện bằng máy nghiền tia. Cụ thể là khi sử dụng máy nghiền tia, các giá trị nêu trên có thể đạt được đối với cỡ hạt.

Trong trường hợp máy nghiền tia, cũng gọi là máy nghiền tia không khí, các hạt được nghiền trong dòng khí, khí nghiền, sự nghiền nhỏ hạt được thực hiện bằng động năng được đưa vào bởi khí nghiền và thực tế bởi các hạt va đập với nhau, ví dụ theo tia ngược chiều, hoặc bởi sự va đập của các hạt lên tấm va đập. Bộ lọc, bộ tách không khí mà có thể được thiết kế tĩnh hoặc động hoặc theo dạng kết hợp của chúng dùng để tách vật liệu đã nghiền ra khỏi khí nghiền.

Ví dụ về máy nghiền tia có kết cấu khác nhau là máy nghiền tia xoắn, máy nghiền tia tầng mật độ cao, máy nghiền tia ngược Finnpulva, máy nghiền NPK I, máy nghiền tia ngược Majac, máy nghiền tia ống hình ovan hoặc máy nghiền tia ngược tầng sôi.

Tốt hơn là máy nghiền tia ngược tầng sôi có bộ tách không khí tĩnh hoặc động được sử dụng, bộ tách không khí động được ưu tiên. Các bộ tách không khí bên ngoài có thể được sử dụng, tuy nhiên tốt hơn nếu thiết bị này được hợp nhất trong máy nghiền. Ví dụ bánh tách có thể điều khiển được liên tục dùng làm bộ tách không khí động. Do đó, giới hạn trên của hạt có thể được kiểm soát bằng

tốc độ quay của bánh tách. Với sự gia tăng tốc độ quay, cỡ hạt cho phép đi qua giảm.

Chất dính, như nêu trên, là thích hợp, đặc biệt đối với sự xử lý lớp gia cố để sản xuất các sản phẩm cao su được gia cố, như nêu ở phần đầu.

Lớp gia cố đề cập cụ thể đến lớp gia cố vải dệt, ví dụ được làm bằng polyeste, polyetylen, polyamit, tơ nhân tạo, cotton, sợi libe, sợi xiđan, sợi gai dầu, sợi lanh hoặc sợi dừa. Lớp gia cố đã xử lý như vậy được sử dụng cụ thể để sản xuất lõi lốp xe, lõi băng tải, lõi băng tải truyền động hoặc lõi cho các chi tiết cao su cơ học hoặc composit.

Sản phẩm cao su được gia cố đề cập cụ thể đến lốp, cả đối với xe ô tô và phương tiện tiện ích, và băng tải truyền động, ví dụ băng tải chữ V, băng tải có gờ dạng chữ V, băng tải tròn, băng tải dệt hoặc băng tải có răng. Đối tượng theo sáng chế được giải thích chi tiết hơn có dựa vào các ví dụ sau mà không nhằm giới hạn đối tượng này ở các phương án đặc biệt thể hiện ở đây.

Bảng 1 thể hiện các chất được sử dụng trong các ví dụ và ví dụ so sánh.

Thành phần	Tên thương mại	Mô tả	Nhà sản xuất
Isoxyanat phân tử thấp (A1)	-	4,4'-metylen-bis(phenylisoxyanat)-dime (CAS số 17589-24-1), dạng bột	EMS CHEMIE AG, Thụy Sĩ
Isoxyanat phân tử thấp (A2)	Grilbond IL-6 50% F	4,4'-diphenylmetan-diisoxyanat phân tử thấp che bằng caprolactam 50% khối lượng thể phân tán trong nước	EMS CHEMIE AG, Thụy Sĩ
Chất thấm ướt (B1)	Nekal BX khô	Muối natri của axit diisobutylen naphtalen sulfonic (CAS số 27213-90-7), dạng bột Lượng natri sulfat khoảng 25% khối lượng	BASF, Đức
Chất thấm ướt (B2)	Tamol NN 8906	Sản phẩm đa ngưng tụ muối natri của axit naphtalen sulfonic, dạng bột Lượng natri sulfat khoảng 60% khối lượng	BASF, Đức
Chất liên kết	Mowiol 4-88 *	Rượu polyvinyllic Mw ** 31000 87 – 89% được thủy phân	Kuraray Europe GmbH, Đức

Bảng 2 thể hiện các thành phần của các ví dụ theo sáng chế

Thành phần	Đơn vị	Ví dụ		
		1	2	3
Isoxyanat phân tử thấp (A1), dạng bột	% khối lượng	95	90	85
Chất thấm ướt (B1), dạng bột	% khối lượng	5	10	15
Lượng chất rắn	% khối lượng	100	100	100

Phương án đối với ví dụ 1 của Bảng 2.

Isoxyanat phân tử thấp dạng bột (A1) được trộn với chất thấm ướt dạng bột (B1) theo tỷ lệ khối lượng 95:5 trong thiết bị trộn bột. Tiếp đó, hỗn hợp bột này được đưa vào máy nghiền tia tăng sôi CONDUX CGS 50 mà được vận hành bằng không khí nén.

Các thông số sau được sử dụng cho việc nghiền:

Tốc độ quay của bánh tách [1/phút]: 3450

Áp suất không khí nghiền (áp suất cao) [bar (Kpa)]: 6 (600)

Lượng không khí nghiền (đối với nhiệt độ không khí

bằng 20°C) [m³/h]: 1000

Năng suất [kg/h]: 30

Đối với các ví dụ 2 và 3 và các ví dụ so sánh 4 và 5, các thông số nghiền tương tự được sử dụng.

Bảng 3 thể hiện thành phần của các ví dụ so sánh.

Thành phần	Đơn vị	Ví dụ so sánh			
		4	5	6	
				Dưới dạng thể phân tán	Dưới dạng chất khô
	-	-	-		

				phần khối lượng	% khối lượng
Isoxyanat phân tử thấp (A1), dạng bột	% khối lượng	98	82	-	-
Chất thấm ướt (B1), dạng bột	% khối lượng	2	18	-	-
Isoxyanat phân tử thấp (A2), 50% khối lượng thể phân tán	-	-	-	133	66,5
Chất thấm ướt (B2), dạng bột	-	-	-	3,5	3,5
Chất liên kết 25% khối lượng dung dịch	-	-	-	120	30
Nước	-	-	-	29,5	-
Lượng chất rắn	% khối lượng	100	100	35	100

Trong ví dụ so sánh 6 trên Bảng 3, trước tiên thể phân tán trong nước được tạo ra từ các sản phẩm tách để tạo ra bột có thể phân tán được, tiếp đó thể phân tán được nghiền ướt và được sấy trong sự sấy phun tầng sôi. Ví dụ so sánh 6 tương ứng với ví dụ 1 từ công bố đơn yêu cầu cấp patent châu Âu số EP 2450389 A1.

Bảng 4 thể hiện kết quả thử nghiệm thể phân tán

	Ví dụ 1		Ví dụ 2		Ví dụ 3		Ví dụ so sánh 4		Chất khô từ ví dụ so sánh 6	
Mức phân tán sau 1 phút	96		96		97		20		95	
10 phút	99		99		99		35		98	
Cỡ hạt [µm]	d50	d95	d50	d95	d50	d95	d50	d95	d50	d95
sau 10 phút	1,4	3,9	1,3	4,0	1,4	4,0	-*	-*	1,2	4,5

* không xác định được vì mức độ phân tán quá thấp

Bột của các ví dụ 1 đến 3 theo sáng chế thể hiện độ phân tán tốt hơn so với chất khô của ví dụ so sánh 6 mà tương ứng với ví dụ 1 từ EP 2450389 A1 (Bảng 4). Trong trường hợp bột của ví dụ so sánh 4, độ phân tán là quá kém đối với các ứng dụng thương mại, do đó việc đo cỡ hạt được loại bỏ.

Trong trường hợp đo cỡ hạt sau khi phân tán, bột của các ví dụ 1 đến 3, ở d_{95} , cho thấy, với 3,9 μm hoặc 4,0 μm , các giá trị nhỏ hơn đáng kể so với chất khô của ví dụ so sánh 6 với 4,5 μm .

Bảng 5 thể hiện kết quả thử nghiệm độ dính.

	Đơn vị	Ví dụ			Ví dụ so sánh 5	Ví dụ so sánh 6
		1	2	3		
Độ dính tróc	N/inso	270	220	180	120	270

Giá trị độ dính của bột theo sáng chế của các ví dụ 1 đến 3 lần lượt cao hơn đáng kể giá trị tối thiểu của độ dính tróc bằng 140 N/inso. Trái lại, độ dính tróc của bột của ví dụ so sánh 5 thấp hơn đáng kể mức đó. Với bột theo sáng chế của ví dụ 1, độ dính tróc tương tự như bột của ví dụ so sánh 6 được tạo ra.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chất dính dạng bột dùng cho các lớp gia cố vải dệt mà có thể phân tán trong nước bao gồm:

a) ít nhất một isoxyanat phân tử thấp được che ít nhất một phần với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 97% khối lượng, nhờ đó ít nhất một isoxyanat phân tử thấp có khối lượng mol nhỏ hơn hoặc bằng 500g/mol,

b) alkyl naphtalen sulfonat dưới dạng chất thấm ướt với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 3% khối lượng, và ngoài ra

c) chất phụ gia với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 10% khối lượng, các chất liên kết được loại trừ, với điều kiện là các thành phần chế phẩm a + b + c tạo ra 100% khối lượng.

2. Chất dính dạng bột theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, bột có đường kính hạt trung bình nằm trong khoảng từ 0,1 μm đến 40 μm , tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,2 μm đến 20 μm và đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,3 μm đến 12 μm được xác định bằng cách đo laze theo tiêu chuẩn ISO 13320.

3. Chất dính dạng bột theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ, mức phân bố cỡ hạt (d_{50} , d_{95}) của thể phân tán thu được sau 10 phút khuấy với nước đã khử ion, bằng cách đo laze theo tiêu chuẩn ISO 13320 là, đối với d_{50} , tối đa 5 μm , đối với d_{95} , tốt hơn nếu tối đa 2 μm , đối với d_{50} , đặc biệt tốt hơn nếu tối đa 1,5 μm và, đối với d_{95} , tối đa 10 μm , đối với d_{95} , tốt hơn nếu tối đa 6 μm , đối với d_{95} , đặc biệt tốt hơn nếu tối đa 5 μm .

4. Chất dính dạng bột theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, khác biệt ở chỗ, chất dính này chứa isoxyanat phân tử thấp được che ít nhất một phần với lượng nằm trong khoảng từ 90 đến 96% khối lượng, tốt hơn nếu từ 93 đến 96% khối lượng, đặc biệt tốt hơn từ 94 đến 95,5% khối lượng và alkyl naphtalen sulfonat dưới dạng chất thấm ướt với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 4% khối lượng, tốt hơn nếu từ 7 đến 4% khối lượng, đặc biệt tốt hơn nếu từ 6 đến 4,5% khối lượng.

5. Chất dính dạng bột theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, khác biệt ở chỗ, ít nhất một isoxyanat phân tử thấp có khối lượng mol nằm trong khoảng từ 90 đến 400 g/mol, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 150 đến 300 g/mol.

6. Chất dính dạng bột theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, khác biệt ở chỗ, ít nhất một isoxyanat phân tử thấp là isoxyanat thơm, béo hoặc vòng béo, cụ thể được chọn từ nhóm chỉ chứa 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat (4,4'-MDI), 2,4'-diphenylmetan diisoxyanat (2,4'-MDI), 3,4'-diphenylmetan diisoxyanat (3,4'-MDI), 2,2'-diphenylmetan diisoxyanat (2,2'-MDI), 2,3'-diphenylmetan diisoxyanat (2,3'-MDI), 2,4-toluen diisoxyanat, 2,6-toluen diisoxyanat, 1-isoxyanato-3-isoxyanatometyl-3,5,5-trimetylxclohexan, 1,4-naphtalen diisoxyanat (1,4-NDI), 1,5-naphtalen diisoxyanat (1,5-NDI), isophoron diisoxyanat (IPDI), hexametylen diisoxyanat (HDI) hoặc hỗn hợp của chúng.

7. Chất dính dạng bột theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, khác biệt ở chỗ, ít nhất một isoxyanat phân tử thấp được che ít nhất một phần được bịt một phần hoặc hoàn toàn, cụ thể là bằng chất bịt được chọn từ nhóm bao gồm monophenol, cụ thể là phenol, resorxinol, cresol, trimetylphenol hoặc tert.butylphenol, lactam, cụ thể là ϵ -caprolactam, δ -valerolactam hoặc laurinlactam, oxim, cụ thể là metyl etyl ketoxim (butanon oxim), metyl amyl ketoxim hoặc xyclohexanon oxim, hợp chất tạo enol dễ dàng, cụ thể là este của axit axetoaxetic, axetylaxeton hoặc dẫn xuất của axit malonic, rượu bậc một, bậc hai hoặc bậc ba, glycol ete, amin thơm bậc hai, imit, isoxyanat, mercaptan, triazol và cả hỗn hợp của chúng.

8. Chất dính dạng bột theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, khác biệt ở chỗ, ít nhất một isoxyanat phân tử thấp được che ít nhất một phần là uretdion.

9. Chất dính dạng bột theo điểm 8, khác biệt ở chỗ, ít nhất một isoxyanat phân tử thấp được che ít nhất một phần là uretdion của diphenylmetan diisoxyanat (MDI).

10. Chất dính dạng bột theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, khác biệt ở chỗ, alkyl naphtalen sulfonat là natri diisobutyl naphtalen sulfonat.

11. Chất dính dạng bột theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, khác

biệt ở chỗ, chất dính này chỉ chứa isoxyanat được che ít nhất một phần và alkyl naphtalen sulfonat.

12. Chất dính dạng bột theo điểm 11, khác biệt ở chỗ, chất dính này chứa ít nhất một isoxyanat được che với lượng 95% khối lượng và alkyl naphtalen sulfonat với lượng 5% khối lượng.

13. Chất dính dạng bột theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, khác biệt ở chỗ, chất dính này chứa chất phụ gia với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 10% khối lượng, chất phụ gia này được chọn từ các chất xúc tác, chất khử bột, chất màu và/hoặc chất độn, và cả hỗn hợp của chúng.

14. Phương pháp sản xuất chất dính dạng bột dùng cho các lớp gia cố vải dệt mà có thể phân tán trong nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, khác biệt ở chỗ, isoxyanat phân tử thấp được che ít nhất một phần với lượng nằm trong khoảng từ 85 đến 97% khối lượng, nhờ đó ít nhất một isoxyanat phân tử thấp có khối lượng mol nhỏ hơn hoặc bằng 500g/mol, alkyl naphtalen sulfonat dưới dạng chất thấm ướt với lượng nằm trong khoảng từ 15 đến 3% khối lượng và có thể cả các chất phụ gia dạng bột, được nghiền khô, với điều kiện là việc nghiền khô được thực hiện sao cho mức phân bố cỡ hạt (d_{50} và d_{95}) của thể phân tán thu được sau 10 phút khuấy trong nước đã khử ion bằng cách đo laze theo ISO 13320 là, đối với giá trị d_{50} , tối đa 5 μm và, đối với giá trị d_{95} , tối đa 10 μm .

15. Phương pháp theo điểm 14, khác biệt ở chỗ, việc nghiền khô được thực hiện cho đến khi giá trị d_{50} tối đa là 5 μm , tốt hơn nếu tối đa 2 μm và đặc biệt tốt hơn nếu tối đa 1,5 μm và giá trị d_{95} tối đa là 10 μm , tốt hơn nếu tối đa 6 μm và đặc biệt tốt hơn nếu tối đa 5 μm .

16. Phương pháp theo điểm 14 hoặc 15, khác biệt ở chỗ, việc nghiền khô được thực hiện bằng máy nghiền tia.