



(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)



1-0030074

(51)^{2016.01} C08G 18/48; G02C 5/00; C07D 295/08; (13) B
C07D 295/16; C07D 295/185; C08G
18/10; C08G 18/32; C08G 18/38; C08G
18/40; C08G 18/62; C08G 18/66; C08G
18/72; C08G 18/73; C08G 18/75; C08G
18/76; G02B 1/04; C07C 263/20; C07D
295/067

(21) 1-2016-01164

(22) 25/09/2014

(62) 1-2016-01082

(86) PCT/JP2014/075511 25/09/2014

(87) WO 2015/046369 A1 02/04/2015

(30) 2013-200500 26/09/2013 JP; 2014-126296 19/06/2014 JP

(45) 25/11/2021 404

(43) 27/06/2016 339A

(73) Mitsui Chemicals, Inc. (JP)

5-2, Higashi-Shimbashi 1-chome, Minato-ku, Tokyo 105-7122, Japan

(72) YAMASAKI, Satoshi (JP); MORITA, Hirokazu (JP); KUWAMURA, Goro (JP);
NISHIGUCHI, Daisuke (JP); NAKAGAWA, Toshihiko (JP); HASEGAWA,
Daisuke (JP); HAMADA, Tetsuya (JP); KIYONO, Shinji (JP); FUKUDA, Takeshi
(JP); KOSUMI, Kazuhiro (JP); TSUKADA, Hidetaka (JP); GOTO, Kenichi (JP);
ITO, Shinsuke (JP); KAKINUMA, Naoyuki (JP).

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

(54) VẬT LIỆU ĐEO MẮT, KHUNG ĐEO MẮT VÀ THẤU KÍNH ĐƯỢC SẢN XUẤT
TỪ VẬT LIỆU ĐEO MẮT NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến vật liệu đeo mắt chứa nhựa polyuretan được sản xuất bằng cách
cho thành phần polyisoxyanat phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính. Sáng
chế cũng đề cập đến khung đeo mắt và thấu kính.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, chế phẩm polyisoxyanat, nhựa polyuretan, vật dụng đục, vật liệu đeo mắt, khung đeo mắt và thấu kính.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Cho đến nay, 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan đã được biết đến dùng làm vật liệu thô của polyamit được sử dụng cho sợi, màng, v.v..

Hơn nữa, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan có nguồn gốc từ 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan là hữu ích, chẳng hạn, làm nguyên liệu polyuretan được sử dụng cho các loại sơn, các loại chất dính, và các khung đeo mắt và các thấu kính để đeo mắt (kính hiệu chỉnh, kính bảo vệ, kính râm, kính chắn bảo hộ, v.v.), và chẳng hạn, vật liệu chế phẩm polyisoxyanat được sử dụng cho tác nhân hóa rắn dùng cho các loại sơn.

1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có hai chất đồng phân lập thể là trans-1,4-bis(aminometyl)xyclohexan (dưới đây có thể được gọi là chất đồng phân trans) và cis-1,4-bis(aminometyl)xyclohexan (dưới đây có thể được gọi là chất đồng phân cis), và đã biết rằng tỷ lệ giữa chất đồng phân cis và chất đồng phân trans trong 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan ảnh hưởng đến các đặc tính vật lý khác nhau của các polyamit và các polyuretan được sản xuất bằng cách sử dụng 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan.

Cụ thể, chẳng hạn, một đề xuất đã được đưa ra để sản xuất nhựa polyuretan có các đặc tính vật lý tuyệt vời khác nhau bằng phản ứng của thành phần polyisoxyanat chứa 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan gồm có trans 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan với lượng là 80% mol hoặc nhiều hơn và thành phần hợp chất hydro hoạt tính (ví dụ, xem Tài liệu sáng chế 1).

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn sáng chế quốc tế số WO2009/051114

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

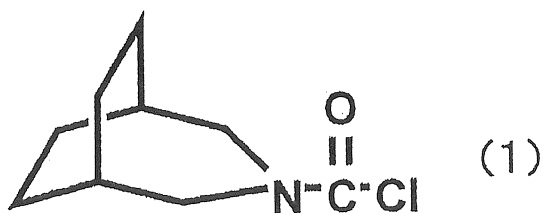
Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Trong khi đó, khi sản xuất nhựa polyuretan, mong muốn rằng các thành phần nguyên liệu được lựa chọn để cải thiện thêm nữa các đặc tính vật lý cần thiết phù hợp với các mục đích sử dụng khác nhau.

Mục đích của sáng chế là đề xuất 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan mà có thể cải thiện các đặc tính vật lý cần thiết theo các mục đích sử dụng khác nhau, chế phẩm polyisoxyanat và nhựa polyuretan được sản xuất bằng cách sử dụng 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, và hơn nữa, vật dụng đúc, vật liệu đeo mắt, khung đeo mắt, và thấu kính được sản xuất từ nhựa polyuretan.

Cách thức giải quyết vấn đề

Để đạt được mục đích nêu trên, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan của sáng chế chứa chất đồng phân trans với lượng 70% mol hoặc nhiều hơn và 95% mol hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của chất đồng phân cis và chất đồng phân trans, và chứa hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây với lượng 0,1ppm hoặc nhiều hơn và 300ppm hoặc ít hơn:



Ưu tiên là 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan của sáng chế chứa chất đồng phân trans với lượng 80% mol hoặc nhiều hơn và 93% mol hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của chất đồng phân cis và chất đồng phân trans.

Chế phẩm polyisoxyanat của sáng chế được sản xuất bằng cách cải biến 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên, và chứa ít nhất một nhóm chức trong số từ (a) đến (e) dưới đây:

- (a) nhóm isoxyanurat,
- (b) nhóm alophanat,

(c) nhóm biuret,

(d) nhóm uretan, và

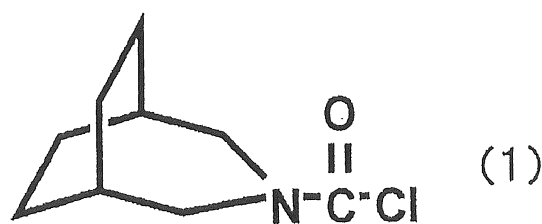
(e) nhóm ure.

Nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất bằng cách cho thành phần polyisoxyanat chứa 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất bằng cách cho thành phần polyisoxyanat chứa chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Vật dụng đục của sáng chế được sản xuất từ nhựa polyuretan được mô tả ở trên.

Vật liệu đeo mắt của sáng chế gồm có nhựa polyuretan được sản xuất bằng cách cho thành phần polyisoxyanat chứa 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, trong đó 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans với lượng 70% mol hoặc nhiều hơn và 95% mol hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của chất đồng phân cis và chất đồng phân trans, và chứa hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây với lượng 0,1ppm hoặc nhiều hơn và 300ppm hoặc ít hơn:



Trong vật liệu đeo mắt của sáng chế, ưu tiên là 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans với lượng 80% mol hoặc nhiều hơn và 93% mol hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của chất đồng phân cis và chất đồng phân trans.

Khung đeo mắt của sáng chế được sản xuất từ vật liệu đeo mắt được mô tả ở trên.

Thấu kính của sáng chế được sản xuất từ vật liệu đeo mắt được mô tả ở trên.

Hiệu quả của sáng chế

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan của sáng chế chứa chất đồng phân trans và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) ở trên trong khoảng cụ thể được mô tả ở trên, và do đó có thể sản xuất được nhựa polyuretan có các đặc tính vật lý tuyệt vời khác nhau.

Chế phẩm polyisoxyanat của sáng chế được sản xuất bằng cách sử dụng 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan của sáng chế, và do đó bằng cách sử dụng chế phẩm polyisoxyanat, có thể sản xuất được nhựa polyuretan có các đặc tính vật lý tuyệt vời khác nhau.

Nhựa polyuretan, vật dụng đục, vật liệu đeo mắt, khung đeo mắt, và thấu kính của sáng chế được sản xuất bằng cách sử dụng 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan của sáng chế hoặc chế phẩm polyisoxyanat của sáng chế, và do đó có các đặc tính vật lý tuyệt vời khác nhau.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

FIG.1 thể hiện phổ khối lượng CI của phân tích GC-MS trên hợp chất được thể hiện bởi công thức (1).

FIG.2 thể hiện phổ khối lượng FD của 1,4-BIC chứa hợp chất được thể hiện bởi công thức (1).

FIG.3 thể hiện phổ phân tích ^1H -NMR trên 1,4-BIC chứa hợp chất được thể hiện bởi công thức (1).

FIG.4 thể hiện các kết quả đo của phép đo hai chiều NMR (Hetero-nuclear Multiple-Bond Connectivity (Phổ tương tác dị hạt nhân đa liên kết): HMBC) trên 1,4-BIC chứa hợp chất được thể hiện bởi công thức (1).

FIG.5 thể hiện phổ phân tích ^1H -NMR trên hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) được sản xuất trong ví dụ điều chế 2.

FIG.6 thể hiện phổ phân tích ^{13}C -NMR trên hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) được sản xuất trong ví dụ điều chế 2.

FIG.7 thể hiện phổ IR của hợp chất được thể hiện bởi công thức (1)

được sản xuất trong ví dụ điều chế 2.

FIG.8 thể hiện phổ GC-MS của hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) được sản xuất trong ví dụ điều chế 2.

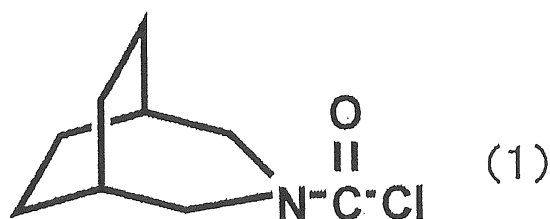
Mô tả chi tiết sáng chế

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan của sáng chế chứa trans-1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan (dưới đây được gọi là chất đồng phân trans) và cis-1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan (dưới đây được gọi là chất đồng phân cis).

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans với lượng 70% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 75% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 80% mol hoặc nhiều hơn, và 95% mol hoặc ít hơn, ưu tiên là 93% mol hoặc ít hơn, ưu tiên hơn là 90% mol hoặc ít hơn chất đồng phân trans.

Hàm lượng chất đồng phân trans có thể được xác định bởi phân tích bằng sắc ký khí thích hợp với các ví dụ được mô tả dưới đây (áp dụng tương tự trong phần dưới đây).

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan của sáng chế chứa hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây.



1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa 0,1ppm hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 0,4ppm hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 1ppm hoặc nhiều hơn và 300ppm hoặc ít hơn, ưu tiên là 200ppm hoặc ít hơn, ưu tiên hơn là 100ppm hoặc ít hơn hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) ở trên tính theo tổng lượng của nó.

Lượng của hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) được chứa có thể được xác định bởi phân tích bằng sắc ký khí thích hợp với các ví dụ được mô tả

dưới đây (áp dụng tương tự trong phần dưới đây).

Khi các lượng của chất đồng phân trans và hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) ở trên trong 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan nằm trong các khoảng cụ thể được mô tả ở trên, có thể sản xuất được nhựa polyuretan có các đặc tính vật lý tuyệt vời khác nhau.

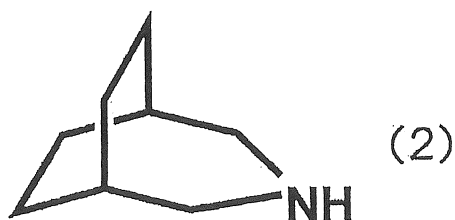
1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan như vậy có thể được sản xuất, chẳng hạn, bằng isoxyanua hóa 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan.

1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được sử dụng để sản xuất 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên chứa trans-1,4-bis(aminometyl)xyclohexan (dưới đây gọi là chất đồng phân trans) và cis-1,4-bis(aminometyl)xyclohexan (dưới đây gọi là chất đồng phân cis) chẳng hạn.

1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có hàm lượng chất đồng phân trans là 70% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 75% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 80% mol hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 95% mol hoặc ít hơn, ưu tiên là 93% mol hoặc ít hơn, ưu tiên hơn là 90% mol hoặc ít hơn chẳng hạn.

Hàm lượng chất đồng phân trans có thể được xác định bởi phân tích bằng sắc ký khí thích hợp với các ví dụ được mô tả dưới đây (áp dụng tương tự trong phần dưới đây).

1,4-bis(aminometyl)xyclohexan chứa hợp chất được thể hiện bởi công thức (2) (3-azabixyclo[3,2,2]nonan) dưới đây.



1,4-bis(aminometyl)xyclohexan chứa hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (2) tính theo tổng lượng của nó, chẳng hạn, 0,005% khối lượng hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 3% khối lượng hoặc ít hơn, ưu tiên là 1,5% khối lượng hoặc ít hơn.

Lượng của hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (2) được chứa có thể được xác định bởi phân tích bằng sắc ký khí thích hợp với các ví dụ được mô tả dưới đây (áp dụng tương tự trong phần dưới đây).

Khi 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (2) nằm trong các khoảng cụ thể được mô tả ở trên, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan của sáng chế có thể được sản xuất một cách hiệu quả.

Trong phần dưới đây, phương pháp sản xuất 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được mô tả ở trên được mô tả.

Trong phương pháp này, chẳng hạn, đầu tiên, axit terephthalic hoặc dẫn xuất của nó là ít nhất một loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm axit terephthalic, este axit terephthalic, và amit axit terephthalic được đưa đi hydro hóa nhân để tạo ra axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất của nó (bước hydro hóa nhân).

Cụ thể, trong bước hydro hóa nhân, axit terephthalic hoặc dẫn xuất của nó là ít nhất một loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm axit terephthalic, este axit terephthalic, và amit axit terephthalic được đưa đi hydro hóa nhân để tạo ra axit terephthalic được hydro hóa tương ứng (tức là, ít nhất một axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất của nó được lựa chọn từ nhóm bao gồm axit xyclohexan-1,4-dicarboxylic, este axit xyclohexan-1,4-dicarboxylic, và amit axit xyclohexan-1,4-dicarboxylic).

Trong bước hydro hóa nhân, chẳng hạn, phương pháp được mô tả trong Công bố sáng chế Nhật Bản chưa thẩm định số 2001-181223 có thể được sử dụng.

Axit terephthalic hoặc dẫn xuất axit terephthalic được sử dụng làm nguyên liệu thô trong sáng chế có thể là axit có chất lượng của các sản phẩm có sẵn trong công nghiệp, và đồng thời axit terephthalic hoặc dẫn xuất axit terephthalic chưa được làm khô (chứa nước) mà qua tinh chế trong bước hydro hóa thường được thực hiện trong sản xuất axit terephthalic có thể được sử dụng.

Phản ứng trong bước hydro hóa nhân là phản ứng tỏa nhiệt, và do đó ngăn chặn thích hợp sự gia tăng nhiệt độ do nhiệt của phản ứng, và cũng tăng sự chuyển đổi, ưu tiên là dung môi là trơ trong phản ứng như vậy được bổ sung

làm chất pha loãng vào nguyên liệu thô axit terephthalic hoặc dẫn xuất axit terephthalic sao cho nồng độ axit terephthalic hoặc dẫn xuất axit terephthalic trong dung dịch phản ứng là, chẳng hạn, từ 1 tới 50% khối lượng, ưu tiên là từ 2 tới 30% khối lượng. Khi nồng độ trong dung dịch phản ứng nằm trong khoảng này, có ưu điểm là tốc độ phản ứng không giảm đi, và sự gia tăng nhiệt độ trong thiết bị phản ứng là ít.

Các ví dụ về dung môi như vậy bao gồm các dung môi nước như là nước, metanol, isopropanol, và 1,4-dioxan.

Việc sử dụng dung môi nước như vậy có ưu điểm ở chỗ hỗn hợp phản ứng trong bước hydro hóa nhân có thể được làm mát nếu cần, và được tái tuần hoàn để sử dụng.

Trong trường hợp này, nước được ưu tiên sử dụng bởi vì nó có thể được thu hồi bằng thao tác tách sau đó; nó không cho phép các thành phần không mong muốn được trộn vào hệ phản ứng; và axit terephthalic chưa được làm khô mà qua bước tinh chế axit terephthalic có thể được sử dụng.

Trong bước hydro hóa nhân, hydro được sử dụng trong hydro hóa nhân có thể có chất lượng sử dụng được trong công nghiệp. Chẳng hạn, hydro có thể chứa khí trơ (ví dụ, nitơ, metan, v.v.) nhưng nồng độ hydro của nó ưu tiên là 50% hoặc cao hơn.

Lượng hydro ưu tiên là khoảng từ 3 tới 50 lần nguyên liệu thô axit terephthalic hoặc dẫn xuất axit terephthalic theo tỷ lệ mol.

Khi lượng hydro nằm trong khoảng như vậy, lượng của các nguyên liệu chưa được phản ứng là nhỏ, tốc độ phản ứng là đủ, và có lợi về mặt kinh tế.

Trong bước hydro hóa nhân, chất xúc tác đã biết có thể được bổ sung.

Chất xúc tác được sử dụng trong bước hydro hóa nhân là chất xúc tác kim loại quý thông thường cho hydro hóa nhân. Cụ thể, các ví dụ về chất xúc tác như vậy bao gồm paladi, platin, ruteni, và rodi, và ưu tiên là, paladi hoặc ruteni được sử dụng.

Các chất xúc tác này ưu tiên là được điều chế là chất xúc tác được mang trên nền mang. Các ví dụ về các chất mang dùng cho các chất xúc tác này bao

gồm cacbon được hoạt hóa, nhôm oxit, silic oxit, và kizengua, và ưu tiên là, cacbon được hoạt hóa hoặc silic oxit được sử dụng.

Lượng của kim loại (ví dụ, paladi, platin, ruteni, rodi, v.v.) được mang là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,1 tới 10% khối lượng, ưu tiên là từ 0,5 đến 10% khối lượng, của tổng lượng bao gồm chất mang chất xúc tác.

Khi lượng của kim loại được mang nằm trong khoảng như vậy là được ưu tiên bởi vì hoạt tính của chất xúc tác theo trọng lượng là cao.

Chất xúc tác được sử dụng dưới dạng, chẳng hạn, bột, hạt, hoặc có thể được mang trên chất mang dạng viên. Ưu tiên là, chất xúc tác dưới dạng bột. Khi chất xúc tác có kích thước phù hợp, chẳng hạn, khi chất xúc tác là chất xúc tác dạng bột, chất xúc tác chứa phần bên trong mà tham gia hiệu quả vào phản ứng với lượng lớn, và do đó tốc độ phản ứng không dễ suy giảm.

Lượng chất xúc tác tính theo 100 phần khối lượng của axit terephthalic hoặc dẫn xuất axit terephthalic là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,1 tới 50 phần khối lượng, ưu tiên là từ 0,5 tới 20 phần khối lượng.

Axit terephthalic hoặc dẫn xuất axit terephthalic không hòa tan tốt trong các dung môi thông thường như là nước, và do đó được điều chế là chất lỏng phân tán. Phản ứng ưu tiên là phản ứng huyền phù đặc pha lỏng.

Thiết bị phản ứng ưu tiên là bình chịu áp suất.

Chất lỏng phân tán của axit terephthalic hoặc dẫn xuất của nó, và hydro được đưa vào phía trên hoặc phía dưới của thiết bị phản ứng, và cho tiếp xúc với chất xúc tác ở dạng huyền phù. Sau khi phản ứng, sản phẩm, tức là, axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic, hòa tan tốt trong dung môi thông thường như là nước ở nhiệt độ cao, và do đó tách khỏi chất xúc tác có thể được thực hiện bằng lọc.

Khi lọc, sản phẩm được mô tả ở trên được hòa tan, chẳng hạn, trong dung dịch kiềm đã biết (ví dụ, dung dịch nước natri hydroxit, v.v.), và sau khi dung dịch được lọc, dung dịch có thể được trung hòa bằng dung dịch axit đã biết (ví dụ, dung dịch nước hydro clorua, v.v.).

Sau đó, bằng cách sấy hoặc cô đặc sản phẩm, hoặc bằng cách kết tinh

sản phẩm bằng cách làm mát, axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic có thể được sản xuất.

Nhiệt độ phản ứng thường là nằm trong khoảng từ 50 đến 200°C, và ưu tiên là từ 100 đến 160°C.

Nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng như vậy có ưu điểm ở chỗ lượng của các nguyên liệu chưa phản ứng và các sản phẩm phụ là ít, sự hydro phân không xảy ra dễ dàng, và kết quả là, hiệu suất thu hồi tăng.

Áp suất phản ứng thường là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 15MPa (áp suất áp kế), ưu tiên là từ 2 tới 15MPa (áp suất áp kế), ưu tiên hơn là từ 2 tới 8MPa (áp suất áp kế), ưu tiên hơn nữa là từ 2 tới 5MPa (áp suất áp kế).

Áp suất phản ứng nằm trong khoảng như vậy có ưu điểm ở chỗ tốc độ phản ứng không dễ dàng giảm đi, và lượng các sản phẩm phụ là ít.

Sự chuyển đổi của axit terephthalic hoặc dẫn xuất axit terephthalic thường là 90% hoặc cao hơn, ưu tiên là 95% hoặc cao hơn, và ưu tiên hơn là 98% hoặc cao hơn.

Khi lượng của axit terephthalic hoặc dẫn xuất axit terephthalic chưa phản ứng là ít như được mô tả ở trên, nó có ưu điểm ở chỗ những bước sau xử lý trở nên không quá phức tạp.

Axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic thu được trong bước hydro hóa nhân là hỗn hợp của chất đồng phân cis (tức là, axit cis-1,4-xyclohexan dicarboxylic, este axit cis-1,4-xyclohexan dicarboxylic, và/hoặc amit axit cis-1,4-xyclohexan dicarboxylic) và chất đồng phân trans (tức là, axit trans-1,4-xyclohexan dicarboxylic, este axit trans-1,4-xyclohexan dicarboxylic, và/hoặc amit axit trans-1,4-xyclohexan dicarboxylic).

Tiếp theo, trong phương pháp này, axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất của nó được mô tả ở trên được sản xuất trong bước hydro hóa nhân được xử lý với amoniac để tạo ra 1,4-dixyanoxyclohexan (bước xyanua hóa).

Trong bước xyanua hóa, chẳng hạn, phương pháp được mô tả trong Công bố sáng chế Nhật Bản chưa thẩm định số S63-10752 có thể được sử dụng.

Cụ thể hơn là, trong bước xyanua hóa, axit terephthalic được hydro hóa

hoặc dẫn xuất axit terephthalic thu được trong bước hydro hóa nhân được cho phản ứng với hợp chất có khả năng dùng làm nguồn amoniac (ví dụ, amoniac, ure, amoni cacbonat, v.v.) (dưới đây có thể được gọi là nguồn amoniac) bằng cách gia nhiệt ở, thường là 200°C hoặc cao hơn và thấp hơn 350°C, ưu tiên là 230°C hoặc cao hơn và thấp hơn 320°C.

Nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng như vậy có ưu điểm ở chỗ tốc độ phản ứng không giảm đi, và sự phân hủy do gia nhiệt quá mức ít xảy ra.

Trong phương pháp này, oxit kim loại có thể được sử dụng làm chất xúc tác trong bước xyanua hóa.

Các ví dụ về oxit kim loại bao gồm silic oxit, nhôm oxit, phospho pentoxit, thiếc oxit, titan oxit, kẽm oxit, sắt oxit, ziriconi oxit, và coban oxit.

Trong số các oxit kim loại này, xét về việc dễ tách sau khi phản ứng, silic oxit, nhôm oxit, thiếc oxit, titan oxit, kẽm oxit, sắt oxit, ziriconi oxit, hoặc coban oxit ưu tiên được sử dụng.

Trong bước này, hơn nữa, oxit kim loại và các chất xúc tác khác có thể được sử dụng kết hợp, và các ví dụ về chất xúc tác như vậy bao gồm các axit vô cơ như là axit hydrocloric, axit phosphoric, và axit sulfuric, và các axit hữu cơ như là axit axetic, axit propionic, và axit benzoic.

Khi oxit kim loại và chất xúc tác khác được sử dụng kết hợp, tỷ lệ trộn của chúng không bị giới hạn cụ thể, và được bố trí thích hợp phù hợp với mục đích và ứng dụng.

Chất xúc tác được sử dụng dưới dạng, chẳng hạn, bột, hạt, hoặc có thể được mang trên chất mang dạng viên. Ưu tiên là, chất xúc tác dưới dạng bột.

Khi chất xúc tác có kích thước phù hợp, chẳng hạn, khi chất xúc tác là chất xúc tác dạng bột, chất xúc tác chứa phần bên trong mà tham gia hiệu quả vào phản ứng với lượng lớn, và do đó tốc độ phản ứng không dễ dàng giảm đi.

Lượng của chất xúc tác tính theo 100 phần khối lượng của axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,1 tới 50 phần khối lượng, ưu tiên là từ 0,5 đến 20 phần khối lượng.

Trong phản ứng, dung môi là ưu tiên được sử dụng là thích hợp.

Các ví dụ về dung môi bao gồm, mặc dù bất kỳ dung môi nào mà không cản trở mục đích của phương pháp của sáng chế đều có thể được sử dụng, các hydrocacbon béo hoặc vòng béo như là decan, undecan, dodecan, tridecan, tetradecan, pentadecan, và decalin; các hydrocacbon thơm như là mesitylen, tetralin, butylbenzen, p-xymen, diethylbenzen, diisopropylbenzen, triethylbenzen, xyclohexylbenzen, dipentylbenzen, và dodexylbenzen; các rượu như là hexanol, 2-ethylhexanol, octanol, decanol, dodecanol, etylen glycol, dietylen glycol, và trietylen glycol; các ete như là dietylenglycol dimetylete, trietylenglycol dimetylete, tetraetylenglycol dimetylete, o-dimetoxibenzen, etylphenylete, butylphenylete, và o-dietoxibenzen; các hydrocacbon thơm được halogen hóa như là iodobenzen, o-diclobenzen, m-diclobenzen, 1,2,4-triclobenzen, o-dibromobenzen, bromoclobenzen, o-clotoluen, p-clotoluen, p-cloetylbenzen, và 1-clonaphthalen; các dung môi không proton phân cực như là dimetyl sulfoxit, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, hexametylphosphoramit, N-metyl-2-pyrolidinon, N,N'-dimetylimidazolidinon, N,N'-dietylimidazolidinon, N,N'-dipropyylimidazolidinon, N,N',4-trimetylimidazolidinon, và N,N'-dimetylpropylenure; và sản phẩm trong bước này, tức là, 1,4-dixyanoxycyclohexan. Các dung môi này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Đối với dung môi, xét về việc ngăn chặn sự kết tinh của 1,4-dixyanoxycyclohexan trên đường khí sạch của thiết bị phản ứng, và các thiết bị ở phía dưới của thiết bị phản ứng như là thiết bị ngưng tụ, nên dung môi là ưu tiên được lựa chọn từ, chẳng hạn, các ete như là dietylenglycol dimetylete, trietylenglycol dimetylete, tetraetylenglycol dimetylete, o-dimetoxibenzen, etylphenylete, butylphenylete, và o-dietoxibenzen; các hydrocacbon thơm được halogen hóa như là iodobenzen, o-diclobenzen, m-diclobenzen, 1,2,4-triclobenzen, o-dibromobenzen, bromoclobenzen, o-clotoluen, p-clotoluen, p-cloetylbenzen, và 1-clonaphthalene; và các dung môi không proton phân cực như là dimetyl sulfoxit, N,N-dimetylformamit, N,N-dimetylaxetamit, hexametylphosphoramit, N-metyl-2-pyrolidinon, N,N'-dimetylimidazolidinon,

N,N'-diethylimidazolidinon, N,N'-dipropylimidazolidinon, N,N',4-trimethylimidazolidinon, và N,N'-dimethylpropylenure.

Trong số các dung môi được mô tả ở trên, ưu tiên là các dung môi có điểm sôi từ 180°C đến 350°C được sử dụng. Việc sử dụng dung môi có điểm sôi thấp hơn 180°C không được ưu tiên bởi vì gánh nặng năng lượng trên thiết bị phản ứng tăng. Việc sử dụng dung môi có điểm sôi cao hơn 350°C không được ưu tiên bởi vì các hiệu quả ngăn chặn sự kết tinh của 1,4-dicyanoxyclohexan trong đường khí sạch của thiết bị phản ứng và các thiết bị ở phía dưới của thiết bị phản ứng như là thiết bị ngưng tụ giảm đi.

Xét về các khía cạnh nêu trên, trong số các dung môi được mô tả ở trên, lựa chọn được ưu tiên thực hiện là o-diclobenzen, triethylenglycol dimethylete, tetraethylenglycol dimethylete, N,N'-dimethylimidazolidinon, N,N'-diethylimidazolidinon, N,N'-dipropylimidazolidinon, N,N',4-trimethylimidazolidinon, và N,N'-dimethylpropylenure.

Lượng của dung môi được sử dụng không bị giới hạn cụ thể, và thường là từ 10 lần hoặc ít hơn theo khối lượng chất phản ứng (gồm có axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic được mô tả ở trên thu được trong bước hydro hóa nhân), ưu tiên là 1 lần hoặc ít hơn theo khối lượng chất phản ứng, và ưu tiên hơn là từ 3 tới 50 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng của axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic. Khi lượng của dung môi là ít, hoặc khi không có dung môi được sử dụng, sự ngăn chặn kết tinh của 1,4-dicyanoxyclohexan trong đường khí sạch của thiết bị phản ứng và các thiết bị ở phía dưới của thiết bị phản ứng như là thiết bị ngưng tụ trở nên khó khăn, và khi lượng của dung môi là nhiều, nó không được ưu tiên bởi vì gánh nặng năng lượng trên thiết bị phản ứng tăng.

Phương pháp phản ứng không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ về chúng bao gồm quy trình theo mẻ tầng huyền phù đặc, quy trình nửa mẻ, và quy trình liên tục; và quy trình liên tục tầng cố định. Ưu tiên là, phản ứng huyền phù đặc pha lỏng được sử dụng.

Thiết bị phản ứng ưu tiên là bình chịu áp suất.

Chẳng hạn, axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic, và chất xúc tác được đưa vào từ phía trên hoặc đáy thiết bị phản ứng, và axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic được hòa tan bằng cách gia nhiệt để được tạo huyền phù; và hợp chất là nguồn cung cấp amoniac như là amoniac được cấp từng đợt hoặc liên tục vào thiết bị phản ứng, để cho phép phản ứng ở nhiệt độ định trước.

Lượng của hợp chất là nguồn cung cấp amoniac cần được cấp, xét về khía cạnh dễ dàng xử lý và thu hồi amoniac sau khi phản ứng, chẳng hạn, là từ 1 tới 20mol, ưu tiên là từ 2 tới 20mol tính theo 1mol axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic.

Tỷ lệ cấp nguồn amoniac không bị giới hạn cụ thể, và ưu tiên là từ 0,1mol đến 2mol tính theo 1mol axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic trên 1 giờ, và ưu tiên hơn là, nhiều hơn 0,5mol và 2mol hoặc ít hơn (tức là, nhiều hơn 0,5mol đương lượng/axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic/giờ và 2mol đương lượng/axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic/giờ hoặc ít hơn).

Tỷ lệ cấp thấp hơn 0,5mol tính theo 1mol axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic trên mỗi 1 giờ không được ưu tiên bởi vì phản ứng cần thời gian dài. Tỷ lệ cấp cao hơn 2mol tính theo 1mol axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic trên mỗi 1 giờ có nhược điểm về mặt kinh tế ở chỗ chưa phản ứng nguồn amoniac tăng về thể tích, và do đó, chẳng hạn, khi amoniac cần được thu hồi và được tái sử dụng, là gánh nặng đáng kể.

Thời gian cấp được lựa chọn thích hợp phụ thuộc vào tỷ lệ cấp. Chẳng hạn, thời gian cấp là từ 1 tới 80 giờ, ưu tiên là từ 2 tới 50 giờ.

Nước được sinh ra là sản phẩm phụ trong phản ứng này, và do đó xét về khía cạnh tăng tốc phản ứng, ưu tiên là nước được loại bỏ khỏi hệ thống. Để loại bỏ nước ra khỏi hệ thống, chẳng hạn, khí trơ như là nitơ có thể được cấp vào thiết bị phản ứng.

Phản ứng có thể được thực hiện dưới bất kỳ điều kiện áp suất nào, chẳng

hạn, dưới áp suất nâng cao, áp suất môi trường khí quyển, và áp suất giảm, mà được lựa chọn thích hợp.

Sau khi phản ứng, sản phẩm, tức là, 1,4-dixyanoxyclohexan, được sản xuất là hỗn hợp (các chất đồng phân lập thể) của cis-1,4-dixyanoxyclohexan (chất đồng phân cis) và trans-1,4-dixyanoxyclohexan (chất đồng phân trans).

Tỷ lệ chất đồng phân cis/chất đồng phân trans của 1,4-dixyanoxyclohexan thu được quy đổi về tỷ lệ chế phẩm cân bằng của 1,4-dixyanoxyclohexan ở nhiệt độ phản ứng, xấp xỉ là, chất đồng phân cis/chất đồng phân trans = 40/60 đến 60/40, không tính đến tỷ lệ chất đồng phân lập thể của axit terephthalic được hydro hóa hoặc dẫn xuất axit terephthalic.

Nếu cần hợp chất nguồn amoniac chưa phản ứng được thu hồi và được tái sử dụng.

Trong bước xyanua hóa được mô tả ở trên, 1,4-dixyanoxyclohexan được sản xuất là hỗn hợp chứa, chẳng hạn, chất xúc tác như là oxit kim loại, và hơn nữa, chất trung gian phản ứng trong phản ứng xyanua hóa, và thành phần có điểm sôi cao như là các sản phẩm phụ.

Như vậy, trong phương pháp này, nếu cần, các chất xúc tác và các thành phần có điểm sôi cao được tách và được thu hồi.

Cụ thể, đầu tiên, từ hỗn hợp (hỗn hợp chứa 1,4-dixyanoxyclohexan, chất xúc tác, và thành phần có điểm sôi cao) được sản xuất trong bước xyanua hóa được mô tả ở trên, chất xúc tác được tách, chẳng hạn, bằng phương pháp tách đã biết như là chưng cất, lọc, và chiết. Chất xúc tác được tách được thu hồi, và nếu cần, được tái sử dụng.

Trong khi đó, thành phần có điểm sôi cao được tách khỏi hỗn hợp (hỗn hợp chứa 1,4-dixyanoxyclohexan và thành phần có điểm sôi cao) từ đó chất xúc tác được loại bỏ, chẳng hạn, bằng chưng cất.

Các điều kiện chưng cất khi thành phần có điểm sôi cao được tách bằng chưng cất, cụ thể, là như sau: áp suất đỉnh cột của cột chưng cất là, chẳng hạn, 2kPa hoặc cao hơn, ưu tiên là 3kPa hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 10kPa hoặc thấp hơn, ưu tiên là 5kPa hoặc thấp hơn.

Hơn nữa, nhiệt độ đỉnh cột của cột chưng cất là, chẳng hạn, 130°C hoặc cao hơn, ưu tiên là 140°C hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 200°C hoặc thấp hơn, ưu tiên là 190°C hoặc thấp hơn. Nhiệt độ đáy cột là, chẳng hạn, 160°C hoặc cao hơn, ưu tiên là 180°C hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 280°C hoặc thấp hơn, ưu tiên là 260°C hoặc thấp hơn.

Thời gian lưu trên đáy cột là, chẳng hạn, 0,01 giờ hoặc lâu hơn, ưu tiên là 0,1 giờ hoặc lâu hơn, và chẳng hạn, 50 giờ hoặc ngắn hơn, ưu tiên là 25 giờ hoặc ngắn hơn.

Với các điều kiện ở trên, thành phần có điểm sôi cao được tách là thành phần đáy cột khỏi hỗn hợp được mô tả ở trên, và được thu hồi.

Hơn nữa, nếu cần, hỗn hợp (hỗn hợp của các chất đồng phân lập thể của 1,4-dixyanoxyclohexan) từ đó thành phần có điểm sôi cao được tách (được loại bỏ), chẳng hạn, được đưa đi chưng cất và tinh chế sao cho hàm lượng trans-1,4-dixyanoxyclohexan (chất đồng phân trans) có thể được tăng lên.

Các điều kiện chưng cất khi chất đồng phân trans được tinh chế bằng chưng cất là như sau: áp suất đỉnh cột của cột chưng cất là, chẳng hạn, 3kPa hoặc cao hơn, ưu tiên là 4kPa hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 30kPa hoặc thấp hơn, ưu tiên là 15kPa hoặc thấp hơn.

Nhiệt độ đỉnh cột của cột chưng cất là, chẳng hạn, 130°C hoặc cao hơn, ưu tiên là 140°C hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 200°C hoặc thấp hơn, ưu tiên là 190°C hoặc thấp hơn. Hơn nữa, nhiệt độ đáy cột là, chẳng hạn, 160°C hoặc cao hơn, ưu tiên là 180°C hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 280°C hoặc thấp hơn, ưu tiên là 260°C hoặc thấp hơn.

Thời gian lưu trên đáy cột là, chẳng hạn, 0,1 giờ hoặc lâu hơn, ưu tiên là 0,2 giờ hoặc lâu hơn, và chẳng hạn, 50 giờ hoặc ngắn hơn, ưu tiên là 25 giờ hoặc ngắn hơn.

Khi các điều kiện chưng cất nằm trong khoảng được mô tả ở trên, trans-1,4-dixyanoxyclohexan trong hỗn hợp của các chất đồng phân lập thể có thể được tinh chế.

Độ tinh khiết của trans-1,4-dixyanoxyclohexan được sản xuất (tỷ lệ chất

đồng phân trans) có thể được kiểm soát thích hợp dựa trên các điều kiện tách.

Khi chưng cất như vậy, dung môi hữu cơ được sử dụng trong bước xyanua hóa có thể được thu hồi là thành phần đỉnh cột. Dung môi hữu cơ được thu hồi có thể được tái sử dụng nếu cần.

Tiếp theo, trong phương pháp này, 1,4-dicyanoxycyclohexan được sản xuất trong bước xyanua hóa được mô tả ở trên được xử lý bằng hydro để tạo ra 1,4-bis(aminometyl)cyclohexan (bước aminometyl hóa).

Trong bước aminometyl hóa, chẳng hạn, phương pháp được mô tả, chẳng hạn, trong Công bố sáng chế Nhật Bản chưa thẩm định số 2001-187765 có thể được sử dụng.

Trong bước aminometyl hóa, hydro được sử dụng trong aminometyl hóa có thể có chất lượng sử dụng được trong công nghiệp, và hydro có thể chứa khí trơ (ví dụ, nitơ, metan, v.v.). Nồng độ hydro ưu tiên là 50% hoặc cao hơn.

Đối với chất xúc tác hydro hóa được sử dụng trong bước aminometyl hóa, chất xúc tác hydro hóa đã biết, chẳng hạn, bất kỳ loại nào trong số chất xúc tác coban, chất xúc tác niken, chất xúc tác đồng, và chất xúc tác kim loại quý có thể được sử dụng.

Xét về khả năng phản ứng và tính chọn lọc, chất xúc tác chủ yếu tạo nên từ niken, coban và/hoặc ruteni là ưu tiên được sử dụng, và ưu tiên hơn là, chất xúc tác Raney hoặc chất xúc tác được mang trên các oxit kim loại xốp như là silic oxit, nhôm oxit, silic oxit nhôm oxit, kizengua, và cacbon được hoạt hóa là ưu tiên được sử dụng.

Chất xúc tác có thể chứa thêm các kim loại như là nhôm, kẽm, và silic.

Các chất xúc tác hydro hóa này có thể chứa, là chất tăng tốc phản ứng, kim loại được lựa chọn từ crom, sắt, coban, mangan, vonfram, và molypden.

Chất xúc tác hydro hóa có thể được sử dụng là chất xúc tác rắn hoàn toàn, hoặc có thể được sử dụng là chất xúc tác rắn được mang trên nền mang, chẳng hạn, niken, coban, hoặc ruteni được mang trên nhôm oxit, titan oxit, ziriconi oxit, magie oxit/nhôm oxit, v.v..

Chất xúc tác được sử dụng dưới dạng, chẳng hạn, bột, hạt, hoặc có thể

được mang trên chất mang dạng viên. Ưu tiên là, chất xúc tác dưới dạng bột. Khi chất xúc tác có kích thước phù hợp, chẳng hạn, khi chất xúc tác là chất xúc tác dạng bột, chất xúc tác chứa phần bên trong mà tham gia hiệu quả vào phản ứng với lượng lớn, và do đó tốc độ phản ứng không dễ dàng giảm đi.

Lượng của chất xúc tác được sử dụng là, xét về khả năng phản ứng và tính chọn lọc, chẳng hạn, từ 0,1 tới 20 phần khối lượng, ưu tiên là 0,5 đến 15 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng của 1,4-dixyanoxyclohexan.

Đối với phản ứng, dung môi có thể được sử dụng thích hợp, và các ví dụ về dung môi như vậy bao gồm các dung môi nước như là nước; các rượu như là metanol, etanol, 1-propanol, isopropanol, 1-butanol, 2-butanol, và t-butanol; và 1,4-dioxan.

Dung dịch phản ứng có nồng độ 1,4-dixyanoxyclohexan là, chẳng hạn, từ 1 tới 50% khối lượng, ưu tiên là từ 2 tới 40% khối lượng.

Khi dung dịch phản ứng có nồng độ 1,4-dixyanoxyclohexan trong khoảng nêu trên, có ưu điểm ở chỗ tốc độ phản ứng không giảm đi, và sự gia tăng nhiệt độ trong thiết bị phản ứng là nhỏ.

Phản ứng là ưu tiên được thực hiện với sự có mặt của amoniac.

Amoniac hoạt động để ngăn chặn sinh ra các sản phẩm phụ như là các amin bậc hai, các amin bậc ba, và các polyamin khác với 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan đích, tức là, các chức năng để cải thiện tính chọn lọc của phản ứng.

Lượng của amoniac được sử dụng, xét về việc ngăn chặn sinh ra các sản phẩm phụ được mô tả ở trên, ngăn chặn giảm tỷ lệ hydro hóa, và làm cho dễ dàng xử lý và thu hồi amoniac sau khi phản ứng, chẳng hạn, là từ 0,05 đến 5mol, ưu tiên là từ 0,1 tới 2,5mol tính theo 1mol của 1,4-dixyanoxyclohexan.

Phương pháp phản ứng không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ về các phương pháp này bao gồm quy trình mẻ tầng huyền phù đặc, quy trình nửa mẻ, và quy trình liên tục; và quy trình liên tục tần cố định. Ưu tiên là, phản ứng huyền phù đặc pha lỏng được sử dụng.

Thiết bị phản ứng ưu tiên là bình chịu áp suất.

Chẳng hạn, 1,4-dicyanoxycyclohexan, chất xúc tác, hydro, và nếu cần dung môi và amoniac được đưa vào từ phía trên hoặc đáy thiết bị phản ứng, và được cho phản ứng ở nhiệt độ định trước.

Áp suất phản ứng thông thường là từ 0,1 tới 20MPa (áp suất áp kế), ưu tiên là từ 0,5 đến 10MPa (áp suất áp kế), ưu tiên hơn nữa là từ 0,5 đến 8MPa (áp suất áp kế), đặc biệt ưu tiên là từ 0,5 đến 5MPa (áp suất áp kế).

Nhiệt độ phản ứng, xét về khả năng phản ứng và tính chọn lọc, chẳng hạn, là từ 50 đến 250°C, ưu tiên là từ 50 đến 200°C, ưu tiên hơn là 70 đến 150°C, và ưu tiên là, nhiệt độ phản ứng tăng lên liên tục hoặc từng bậc trong suốt phản ứng hydro hóa.

Sau khi phản ứng, 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có thể được tách khỏi hỗn hợp phản ứng bằng phương pháp đã biết, chẳng hạn, bằng phương pháp lọc, chưng cất, v.v..

1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được sản xuất như vậy chứa chất đồng phân cis và chất đồng phân trans.

1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có hàm lượng chất đồng phân trans là, chẳng hạn, 20% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 30% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 40% mol hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 90% mol hoặc ít hơn, ưu tiên là 80% mol hoặc ít hơn, ưu tiên hơn là 70% mol hoặc ít hơn.

Tiếp theo, trong phương pháp này, 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được sản xuất như được mô tả ở trên được gia nhiệt cùng với chất xúc tác ở môi trường hydro, và chất đồng phân cis trong 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được đồng phân hóa thành chất đồng phân trans, nhờ đó gia tăng hàm lượng chất đồng phân trans.

Chất xúc tác được sử dụng trong bước đồng phân hóa gồm có, chẳng hạn, paladi, platin, ruteni, và rodi, và ưu tiên là, paladi, và ruteni được sử dụng.

Các chất xúc tác này ưu tiên là được điều chế là chất xúc tác được mang trên nền mang. Các ví dụ về các chất mang đối với các chất xúc tác như vậy bao gồm cacbon được hoạt hóa, nhôm oxit, titan dioxit, silic oxit, và diatomit, và ưu tiên là, cacbon được hoạt hóa, nhôm oxit, titan dioxit, và silic oxit được sử dụng.

Đặc biệt là, xét về việc kiểm soát trong công nghiệp, chất xúc tác mang nhôm oxit của ruteni được sử dụng.

Lượng của kim loại (ví dụ, paladi, platin, ruteni, rodi, v.v.) được mang là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,05 đến 30% khối lượng, ưu tiên là từ 0,1 tới 20% khối lượng, của tổng lượng gồm có chất mang chất xúc tác.

Tỷ lệ trộn của chất xúc tác đồng phân hóa được bố trí thích hợp phù hợp với mục đích và ứng dụng.

Trong bước đồng phân hóa, hydro được sử dụng trong đồng phân hóa có thể có chất lượng công nghiệp, và hydro có thể chứa khí trơ (ví dụ, nitơ, metan, v.v.), nhưng nồng độ hydro ưu tiên là 50% hoặc cao hơn.

Các điều kiện gia nhiệt trong phản ứng đồng phân hóa là như sau: nhiệt độ gia nhiệt là, chẳng hạn, 120°C hoặc cao hơn, ưu tiên là 150°C hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 270°C hoặc thấp hơn, ưu tiên là 240°C hoặc thấp hơn. Các điều kiện áp suất là, chẳng hạn, 1MPa (áp suất áp kế) hoặc cao hơn, ưu tiên là 2MPa (áp suất áp kế) hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 20MPa (áp suất áp kế) hoặc thấp hơn, ưu tiên là 10MPa (áp suất áp kế) hoặc thấp hơn.

Thời gian gia nhiệt là, chẳng hạn, 0,5 giờ hoặc lâu hơn, ưu tiên là 1 giờ hoặc lâu hơn, và chẳng hạn, 20 giờ hoặc ngắn hơn, ưu tiên là 10 giờ hoặc ngắn hơn.

Hơn nữa, nếu cần, dung môi có thể cũng được bổ sung.

Các ví dụ về dung môi bao gồm các hydrocacbon béo như là hexan, heptan, và octan; các hydrocacbon vòng béo như là xyclohexan, và metylxyclohexan; các ete như là tetrahydrofuran, và dioxan; các hydrocacbon thơm như là toluen, xylen, và etylbenzen; và các rượu như là metanol, và etanol.

Trong số các dung môi, các hydrocacbon béo như là hexan, heptan, và octan; các hydrocacbon vòng béo như là xyclohexan, và metylxyclohexan; và các ete như là tetrahydrofuran, và dioxan, mà là ổn định dưới các điều kiện phản ứng, là được ưu tiên.

Tỷ lệ trộn của dung môi được thiết lập thích hợp phù hợp với mục đích và ứng dụng.

Với các điều kiện ở trên, chất đồng phân cis của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có thể được đồng phân hóa thành chất đồng phân trans, và hàm lượng chất đồng phân trans có thể được tăng lên.

1,4-bis(aminometyl)xyclohexan sau khi phản ứng đồng phân hóa có hàm lượng chất đồng phân trans là, chẳng hạn, 70% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 75% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 79% mol hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 95% mol hoặc ít hơn, ưu tiên là 93% mol hoặc ít hơn, ưu tiên hơn là 90% mol hoặc ít hơn.

Giả định rằng phản ứng đồng phân hóa được mô tả ở trên gây ra sự tạo vòng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan, tạo ra hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (2).

1,4-bis(aminometyl)xyclohexan sau phản ứng đồng phân hóa chứa hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (2), chẳng hạn, với lượng 0,005% khối lượng hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là, 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 3% khối lượng hoặc ít hơn, ưu tiên là 1,5% khối lượng hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của nó.

Trong phương pháp này, nếu cần, 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được đưa đi chưng cất và tinh chế sao cho các lượng của chất đồng phân trans và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (2) được chứa có thể được điều chỉnh.

Phương pháp tinh chế không bị giới hạn cụ thể, và kỹ thuật tách trong công nghiệp, chẳng hạn, chưng cất và kết tinh có thể được sử dụng.

Khi tinh chế được thực hiện bằng chưng cất, cột chưng cất có thể được thực hiện bằng cột bản hoặc cột nhồi. Số lượng tầng trong cột tinh cất, tỷ lệ hồi lưu, và tỷ lệ chưng cất có thể được thiết lập thích hợp dựa trên hàm lượng chất đồng phân trans mà là cần thiết cho 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan sau khi tinh chế, và không bị giới hạn cụ thể. Các điều kiện chưng cất bao gồm, cụ thể là như sau: số lượng bản theo lý thuyết của cột chưng cất (cột nhồi), chẳng hạn, là 2 hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 5 hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 60 hoặc ít hơn, ưu tiên là 40 hoặc ít hơn.

Áp suất hoạt động của cột chưng cất là không bị giới hạn cụ thể, nhưng

vì 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có thể chịu những thay đổi không mong muốn như là sự biến chất thành thành phần có điểm sôi cao ở nhiệt độ cao, các điều kiện áp suất giảm là được ưu tiên là để thiết lập nhiệt độ hoạt động của cột chưng cất thấp hơn.

Áp suất đỉnh cột của cột chưng cất là, chẳng hạn, 2kPa hoặc cao hơn, ưu tiên là 3kPa hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 10kPa hoặc thấp hơn, ưu tiên là 5kPa hoặc thấp hơn.

Tỷ lệ hồi lưu của phía đỉnh cột là, chẳng hạn, 0,01 hoặc cao hơn, ưu tiên là 0,1 hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 60 hoặc thấp hơn, ưu tiên là 40 hoặc thấp hơn.

Nhiệt độ đỉnh cột của cột chưng cất là, chẳng hạn, 130°C hoặc cao hơn, ưu tiên là 140°C hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 200°C hoặc thấp hơn, ưu tiên là 190°C hoặc thấp hơn. Nhiệt độ đáy cột là, chẳng hạn, 130°C hoặc cao hơn, ưu tiên là 180°C hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 280°C hoặc thấp hơn, ưu tiên là 260°C hoặc thấp hơn.

Với các điều kiện ở trên, các lượng của chất đồng phân trans và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (2) của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có thể được điều chỉnh.

1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có hàm lượng chất đồng phân trans là, như được mô tả ở trên, chẳng hạn, 70% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 75% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 80% mol hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 95% mol hoặc ít hơn, ưu tiên là 93% mol hoặc ít hơn, ưu tiên hơn là 90% mol hoặc ít hơn.

1,4-bis(aminometyl)xyclohexan chứa hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (2), như được mô tả ở trên, chẳng hạn, với lượng 0,005% khối lượng hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 0,01% khối lượng hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 3% khối lượng hoặc ít hơn, ưu tiên là 1,5% khối lượng hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của nó.

Phương pháp để sản xuất 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan không bị giới hạn cụ thể miễn là các lượng của chất đồng phân trans và hợp chất được mô tả ở

trên được thể hiện bởi công thức (2) được chứa có thể được điều chỉnh tới những lượng như được mô tả ở trên, và các phương pháp khác nhau có thể được sử dụng. Chẳng hạn, 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có thể được gia nhiệt như được mô tả ở trên để gây ra phản ứng đồng phân hóa, và được đưa đi chưng cất và tinh chế để sử dụng. Hơn nữa, para-xylylendiamin có bán trên thị trường có thể được đưa đi hydro hóa nhân phản ứng bằng các phương pháp thông thường để sản xuất 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan trong đó chất đồng phân trans và chất đồng phân cis được trộn, và sau đó như được mô tả ở trên có thể được đưa đi phản ứng đồng phân hóa bằng cách gia nhiệt, và chưng cất và tinh chế để sử dụng.

Tiếp theo, trong phương pháp này, 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được đưa đi isoxyanua hóa bằng phương pháp phosgen hóa.

Phương pháp phosgen hóa có thể được thực hiện, cụ thể hơn là, bằng phương pháp (dưới đây có thể được gọi là phương pháp phosgen hóa hai giai đoạn lạnh/nóng) trong đó 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được cho trực tiếp phản ứng với phosgen; hoặc phương pháp (dưới đây có thể được gọi là phương pháp phosgen hóa amin hydroclorua) trong đó hydroclorua, mà được sản xuất bằng cách cho phép 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan phản ứng với axit hydrocloric, được cho phản ứng với phosgen trong dung môi trơ (được mô tả sau).

Trong phương pháp phosgen hóa hai giai đoạn lạnh/nóng, chẳng hạn, đầu tiên, dung môi trơ được đưa vào thiết bị phản ứng có khả năng khuấy và được bố trí có ống cấp phosgen vào, và sau đó áp suất trong hệ phản ứng được thiết lập là, chẳng hạn, từ áp suất bình thường đến 1MPa (áp suất áp kế), ưu tiên là từ áp suất bình thường đến 0,5MPa (áp suất áp kế), và nhiệt độ được bố trí là, chẳng hạn, từ 0 đến 80°C, ưu tiên là từ 0 đến 60°C.

Các ví dụ về dung môi trơ bao gồm các hydrocacbon thơm như là benzen, toluen, xylen, etylbenzen, v.v.; các este axit béo như là etyl axetat, butyl axetat, amyl axetat, v.v.; các este axit carboxylic thơm như là metyl salixylat, dimetyl phthalat, dibutyl phthalat, metyl benzoat, v.v.; các hydrocacbon thơm được clo hóa như là monoclobenzen, orthodiclobenzen, paradiclobenzen,

triclobenzen, v.v.; và các hydrocacbon được clo hóa như là clorofom, cacbon tetracolorua, v.v..

Các dung môi trơ này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại. Hơn nữa, các dung môi trơ này có thể được thu hồi, và được tinh chế, chẳng hạn, bằng chưng cất sau khi phản ứng với phosgen, và có thể được tái sử dụng.

Lượng của dung môi trơ được phối trộn (tổng lượng) tính theo 100 phần khối lượng của nguyên liệu 1,4-bis(aminometyl) xyclohexan là, chẳng hạn, từ 400 đến 3000 phần khối lượng, ưu tiên là từ 500 đến 2000 phần khối lượng.

Tiếp theo, trong phương pháp này, từ 1 tới 10 lần mol, ưu tiên là từ 1 tới 6 lần mol của phosgen được đưa vào tính theo một nhóm amino của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan, và 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được hòa tan trong dung môi trơ được mô tả ở trên được bổ sung. Trong suốt thời gian này, chất lỏng phản ứng được giữ ở, chẳng hạn, từ 0 đến 80°C, ưu tiên là từ 0 đến 60°C, và đồng thời, hydro clorua sinh ra được giải phóng ra bên ngoài hệ phản ứng nhờ thiết bị ngưng tụ hồi lưu (phản ứng phosgen hóa lạnh). Hỗn hợp bên trong của thiết bị phản ứng được tạo thành huyền phù đặc.

Trong phản ứng phosgen hóa lạnh, hợp chất carbamoyl clorua và amin hydroclorua được sinh ra.

Tiếp theo, trong phương pháp này, áp suất trong hệ phản ứng được thiết lập, chẳng hạn, là áp suất bình thường đến 1MPa (áp suất áp kế), ưu tiên là 0,05 đến 0,5MPa (áp suất áp kế), và nhiệt độ được tăng lên, chẳng hạn, trong khoảng nhiệt độ 80 đến 180°C trong thời gian, chẳng hạn, 30 phút đến 5 giờ. Sau khi gia tăng nhiệt độ, chẳng hạn, phản ứng được cho tiếp tục trong 30 phút đến 8 giờ, nhờ đó hòa tan hoàn toàn chất lỏng có huyền phù đặc (phản ứng phosgen hóa nóng).

Trong phản ứng phosgen hóa nóng, ở thời điểm tăng nhiệt độ và phản ứng nhiệt độ cao, phosgen được hòa tan bay hơi và thoát ra ngoài hệ phản ứng qua thiết bị ngưng tụ hồi lưu, và do đó phosgen được đưa vào thích hợp đến khi lượng hồi lưu từ thiết bị ngưng tụ hồi lưu có thể được xác nhận.

Sau khi kết thúc phản ứng phosgen hóa nóng, khí trơ như là khí nitơ được đưa vào hệ phản ứng, chẳng hạn, ở nhiệt độ từ 80 đến 180°C, ưu tiên là từ 90 đến 160°C, nhờ đó làm sạch phosgen được hòa tan và hydro clorua dư.

Ở thời điểm này, phosgen được đưa vào dư có thể được thu hồi, được tinh chế, và được tái sử dụng. Hydro clorua có thể cũng được thu hồi, và cho phép phản ứng với oxy trong không khí để cho phép oxy hóa axit hydrocloric chẳng hạn, bằng phương pháp đã biết, để tạo ra clo. Clo được cho phản ứng với cacbon monoxit sao cho có thể được tái sử dụng là phosgen.

Trong phản ứng phosgen hóa nóng, hợp chất carbamoyl clorua được sản xuất trong phản ứng phosgen hóa lạnh được phân hủy nhiệt, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được sản xuất, và hơn nữa, amin hydroclorua của 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được phosgen hóa, nhờ đó sản xuất 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (2) được phosgen hóa, nhờ đó sản xuất hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1).

Trong khi đó, khi phosgen hóa amin hydroclorua, đầu tiên, hydroclorua của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được tổng hợp.

Cụ thể, chẳng hạn, dung môi trơ và 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được đưa vào thiết bị phản ứng có khả năng khuấy và được bố trí có ống cấp khí axit hydrocloric vào, và ống cấp phosgen vào, và sau đó áp suất trong hệ phản ứng được thiết lập, chẳng hạn, từ áp suất bình thường đến 1MPa (áp suất áp kế), ưu tiên là từ áp suất bình thường đến 0,5MPa (áp suất áp kế), và nhiệt độ được bố trí là, chẳng hạn, từ 0 đến 120°C, ưu tiên là từ 0 đến 100°C. Lượng của dung môi trơ được phối trộn (tổng lượng) tính theo 100 phần khối lượng của nguyên liệu 1,4-bis(aminometyl) xyclohexan là, chẳng hạn, từ 400 đến 3000 phần khối lượng, ưu tiên là từ 500 đến 2000 phần khối lượng.

Sau đó, chẳng hạn, từ 1 tới 5 lần mol, ưu tiên là từ 1 tới 3 lần mol của khí axit hydrocloric tính theo một mol của nhóm amino của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được đưa vào. Hydroclorua của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được tổng hợp theo cách này. Hydro clorua dư được sử dụng ở thời điểm này được tinh chế nếu cần, và có thể được tái sử dụng

trong bước điều chế hydroclorua.

Tiếp theo, trong phương pháp này, nhiệt độ phản ứng được duy trì ở, chẳng hạn, từ 80 đến 180°C, ưu tiên là từ 90 đến 160°C, và áp suất phản ứng được duy trì ở, chẳng hạn, từ áp suất bình thường đến 1,0MPa (áp suất áp kế), ưu tiên là từ 0,05 đến 0,5MPa (áp suất áp kế), và phosgen được đưa vào trong từ 1 tới 10 giờ sao cho tổng lượng phosgen là từ 1 tới 10 lần lượng hoá học lượng pháp.

Với các điều kiện ở trên, 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan được isoxyanua hóa, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được sản xuất, và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (2) được phosgen hóa, và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) được sản xuất.

Tiến trình phản ứng có thể được giả định dựa trên lượng của khí hydro clorua được sinh ra, và khi huyền phù đặc không hòa tan trong dung môi trơ được mô tả ở trên biến mất và chất lỏng phản ứng trở nên trong và đồng nhất. Hydro clorua được sinh ra được giải phóng, chẳng hạn, phía ngoài hệ phản ứng qua thiết bị ngưng tụ hồi lưu. Ở thời điểm kết thúc phản ứng, phosgen dư được hòa tan và hydro clorua được làm sạch bằng phương pháp được mô tả ở trên. Sau đó, làm mát được thực hiện, và dung môi trơ được chưng cất ra ở áp suất giảm. Trong phương pháp này, dung môi trơ của phản ứng, hydro clorua, và phosgen có thể được thu hồi, được tinh chế, và được tái sử dụng.

Hơn nữa, sau khi sản xuất 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan bằng phương pháp isoxyanua hóa 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan, 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có thể được thu hồi từ nhựa đường, tức là, phần còn lại của phản ứng. Nhựa đường có thể được thu hồi bằng, chẳng hạn, phương pháp đã biết, bằng cách cho phép phản ứng với nước hoặc cacbon dioxid trên giới hạn, hoặc nước hoặc cacbon dioxid dưới giới hạn để tạo ra 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan.

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được sản xuất như vậy có hàm lượng chất đồng phân trans là, chẳng hạn, 70% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 75% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 80% mol hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 95% mol hoặc ít hơn, ưu tiên là 93% mol hoặc ít hơn, ưu tiên hơn là 90% mol

hoặc ít hơn.

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa, chẳng hạn, 0,1ppm hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 0,4ppm hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 1ppm hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 1000ppm hoặc ít hơn, ưu tiên là 500ppm hoặc ít hơn, ưu tiên hơn là 300ppm hoặc ít hơn hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1).

Trong phương pháp này, nếu cần, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được sản xuất như được mô tả ở trên được gia nhiệt để điều chỉnh lượng của hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) được chứa.

Các điều kiện gia nhiệt là như sau: nhiệt độ gia nhiệt là, chẳng hạn, 160°C hoặc cao hơn, ưu tiên là 180°C hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 220°C hoặc thấp hơn, ưu tiên là 200°C hoặc thấp hơn. Thời gian gia nhiệt là, chẳng hạn, 1 giờ hoặc lâu hơn, ưu tiên là 2 giờ hoặc lâu hơn, và chẳng hạn, 24 giờ hoặc ngắn hơn, ưu tiên là 12 giờ hoặc ngắn hơn.

Trong phương pháp này, nếu cần, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được chưng cất và được tinh chế sao cho lượng của hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) có thể được điều chỉnh. Phương pháp tinh chế không bị giới hạn cụ thể, và kỹ thuật tách trong công nghiệp, chẳng hạn, chưng cất và kết tinh có thể được sử dụng.

Khi tinh chế được thực hiện bằng chưng cất, cột chưng cất có thể là cột dạng bản hoặc cột nhồi. Các điều kiện chưng cất có thể thiết lập thích hợp phù hợp với lượng của hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) được chứa cần cho 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan sau khi tinh chế, và cụ thể, số lượng bản theo lý thuyết của cột chưng cất (cột nhồi) là, chẳng hạn, 2 hoặc cao hơn, ưu tiên là 5 hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 60 hoặc thấp hơn, ưu tiên là 40 hoặc thấp hơn.

Áp suất đỉnh cột của cột chưng cất là, chẳng hạn, 0,1kPa hoặc cao hơn, ưu tiên là 0,15kPa hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 4kPa hoặc thấp hơn, ưu tiên là 2,5kPa hoặc thấp hơn.

Tỷ lệ hồi lưu là, chẳng hạn, 0,01 hoặc cao hơn, ưu tiên là 0,1 hoặc cao

hơn, và 60 hoặc thấp hơn, ưu tiên là 40 hoặc thấp hơn.

Nhiệt độ đỉnh cột của cột chưng cất là, chẳng hạn, 110°C hoặc cao hơn, ưu tiên là 120°C hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 180°C hoặc thấp hơn, ưu tiên là 170°C hoặc thấp hơn. Nhiệt độ đáy cột là, chẳng hạn, 120°C hoặc cao hơn, ưu tiên là 130°C hoặc cao hơn, và chẳng hạn, 190°C hoặc thấp hơn, ưu tiên là 180°C hoặc thấp hơn.

Trong phương pháp này, tỷ lệ chưng cất, tức là, phân đoạn cần được thu hồi, là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 1% khối lượng hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 5% khối lượng hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 99% khối lượng hoặc ít hơn, ưu tiên là 95% khối lượng hoặc ít hơn.

Với các điều kiện ở trên, lượng của hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) được chứa có thể được điều chỉnh.

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan có hàm lượng chất đồng phân trans, như được mô tả ở trên, chẳng hạn, là 70% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 75% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 80% mol hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 95% mol hoặc ít hơn, ưu tiên là 93% mol hoặc ít hơn, ưu tiên hơn là 90% mol hoặc ít hơn.

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) với lượng là, như được mô tả ở trên, chẳng hạn, 0,1ppm hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 0,4ppm hoặc nhiều hơn, ưu tiên hơn là 1ppm hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 300ppm hoặc ít hơn, ưu tiên là 200ppm hoặc ít hơn, ưu tiên hơn là 100ppm hoặc ít hơn.

Phần ở đáy (phần nhựa đường) và thành phần có điểm sôi cao chứa 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được sản xuất trong bước chưng cất có thể được thu hồi và tiếp theo sau đó 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được chứa trong đó có thể được thu hồi bằng cách sử dụng, chẳng hạn, thiết bị bay hơi màng mỏng. Hơn nữa, một phần trong số này có thể được cho quay trở lại bước chưng cất để tinh chế 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan cần được thu hồi.

Khi 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) với các lượng trong

các khoảng cụ thể được mô tả ở trên, tính ổn định lưu trữ là tuyệt vời. Hơn nữa, khi 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) với các lượng trong các khoảng cụ thể được mô tả ở trên, nhựa polyuretan có các đặc tính vật lý tuyệt vời khác nhau có thể được sản xuất.

Chất làm ổn định có thể được bổ sung vào 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, chẳng hạn.

Các ví dụ về chất làm ổn định bao gồm các chất chống oxy hóa, các hợp chất có tính axit, các hợp chất chứa các nhóm sulfonamit, và phosphit hữu cơ.

Các ví dụ về chất chống oxy hóa bao gồm các chất chống oxy hóa phenol không tự do, và các ví dụ cụ thể bao gồm 2,6-di(t-butyl)-4-metylphenol, 2,4,6-tri-t-butylphenol, 2,2'-metylenbis-(4-metyl-6-t-butylphenol), 2,2'-thio-bis-(4-metyl-6-t-butylphenol), 4,4'-thio-bis(3-metyl-6-t-butylphenol), 4,4'-butylidene-bis-(6-t-butyl-3-metylphenol), 4,4'-metylidyne-bis-(2,6-di-t-butylphenol), 2,2'-metylen-bis-[4-metyl-6-(1-metylxyclohexyl)-phenol], tetrakis-[metylen-3-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxyphenyl)-propionyl]-metan, 1,3,5-trimetyl-2,4,6-tris-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxyphenyl)-propionyl-metan, 1,3,5-trimetyl-2,4,6-tris-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxybenzyl)-benzen, amit axit N,N'-hexametylen-bis-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxyhydrocinnamic, 1,3,5-tris-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxybenzyl)-isoxyanurat, 1,1,3-tris-(5-t-butyl-4-hydroxy-2-metylphenyl)-butan, 1,3,5-tris-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxybenzyl)-mesitylen, etylen glycol-bis-[3,3-bis-(3'-t-butyl-4'-hydroxyphenyl)-butyrat, 2,2'-thiodietyl-bis-3-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxyphenyl)-propionat, di-(3-t-butyl-4'-hydroxy-5-metylphenyl)-dixyclopentadien, 2,2'-metylen-bis-(4-metyl-6-xyclohexylphenol), 1,6-hexandiol-bis-(3,5-di-t-butyl-4-hydroxyphenyl)-propionat, 2,4-bis-(n-octylthio)-6-(4-hydroxy-3,5-di-t-butylanilino)-1,3,5-triazin, dietyl-3,5-di-t-butyl-4-hydroxybenzylphosphonat, trietylen glycol-bis-3-(t-butyl-4-hydroxy-5-metylphenyl)-propionat, 3,9-bis[2- [3-(3-tert-butyl-4-hydroxy-5-metylphenyl)propionyloxy] -1,1-dimetyletyl]-2,4,8,10-tetraoxaspiro [5,5]undecan, 1,3,5-tris (4-tert-butyl-3-hydroxy-2,6 dimetylbenzyl)-1,3,5-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)-trione, và cũng bao gồm, chẳng hạn, IRGANOX1010,

IRGANOX1076, IRGANOX1098, IRGANOX1135, IRGANOX1726, IRGANOX245, IRGANOX3114, và IRGANOX3790 (tất cả được sản xuất bởi BASF Japan Ltd., tên thương mại), và SUMILAZER GA-80 (được sản xuất bởi Sumitomo Chemical Co., Ltd.), và Lowinox1790 (được sản xuất bởi Chemtura Corporation).

Các chất chống oxy hóa này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Các ví dụ về hợp chất có tính axit bao gồm các hợp chất hữu cơ có tính axit, cụ thể, axit phosphoric, phosphat, phosphit, hypophosphit, axit formic, axit axetic, axit propionic, axit hydroxy axetic, axit oxalic, axit lactic, axit xitric, axit malic, axit sulfonic, sulfonat, phenol, enol, imit, và oxime.

Các hợp chất có tính axit này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Các ví dụ về hợp chất chứa các nhóm sulfonamit bao gồm các sulfonamit thơm và các sulfonamit béo.

Các ví dụ về các sulfonamit thơm bao gồm benzen sulfonamit, dimethylbenzen sulfonamit, sulfanilamit, o- và p-toluen sulfonamit, hydroxynaphthalen sulfonamit, naphthalen-1-sulfonamit, naphthalen-2-sulfonamit, m-nitrobenzen sulfonamit, và p-clobenzen sulfonamit.

Các ví dụ về các sulfonamit béo bao gồm metan sulfonamit, N,N-dimethylmetan sulfonamit, N,N-dimetyletan sulfonamit, N,N-diethylmetan sulfonamit, N-metoxymetan sulfonamit, N-dodexylmetan sulfonamit, N-xyclohexyl-1-butansulfonamit, và 2-aminoetan sulfonamit.

Các hợp chất này chứa các nhóm sulfonamit có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Các ví dụ về các phosphit hữu cơ bao gồm dieste phosphonat hữu cơ, và trieste phosphonat hữu cơ, cụ thể hơn là, chẳng hạn, các monophosphit như là trietyl phosphit, tributyl phosphit, tris (2-ethylhexyl) phosphit, tridexyl phosphit, trilauryl phosphit, tris (tridexyl) phosphit, tristearyl phosphit, triphenyl phosphit, tris (nonylphenyl) phosphit, tris (2,4-di-t-butylphenyl) phosphit, diphenyldexyl

phosphit, và diphenyl (tridexyl) phosphit; di, tri, hoặc tetra phosphits có nguồn gốc từ polyhydric các rượu như là distearyl • pentaerythrityl • diphosphit, di • dodexyl • pentaerythritol • diphosphit, di • tridexyl • pentaerythritol • diphosphit, dinonylphenyl • pentaerythritol • diphosphit, tetraphenyl • tetra • tridexyl • pentaerythrityl • tetra phosphit, tetraphenyl • dipropylen glycol • diphosphit, và tripentaerythritol • tri phosphit; và diphosphits có nguồn gốc từ các hợp chất bisphenol như là di • alkyl • bisphenol A • diphosphit có 1 tới 20 cacbon, và 4,4'-butyliden-bis(3-metyl-6-t-butylphenyl-di • tridexyl) phosphit; các poly phosphit như là được hydro hóa bisphenol A phosphit polyme (trọng lượng phân tử 2400 đến 3000); và tris (2,3-diclopropyl) phosphat.

Các phosphit hữu cơ này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Đối với chất làm ổn định, ưu tiên là, các chất chống oxy hóa, các hợp chất có tính axit, hoặc hợp chất chứa nhóm sulfonamit được sử dụng. Ưu tiên hơn là, chất chống oxy hóa và hợp chất có tính axit và/hoặc hợp chất chứa nhóm sulfonamit được phối trộn vào 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan sao cho 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chúng.

Bằng cách bổ sung các chất làm ổn định này, sự cải thiện về tính ổn định lưu trữ của 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, và sản phẩm được cải biến isoxyanat (được mô tả dưới đây) được sản xuất bằng cách sử dụng 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan có thể đạt được.

Tỷ lệ trộn của chất làm ổn định không bị giới hạn cụ thể, và được lựa chọn thích hợp theo sự cần thiết và ứng dụng của nó.

Cụ thể, tỷ lệ trộn của chất chống oxy hóa là, chẳng hạn, từ 0,0005 đến 0,05 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng của 1,4-bis(isoxyanatometyl) xyclohexan.

Tỷ lệ trộn của hợp chất có tính axit và/hoặc hợp chất chứa nhóm sulfonamit (khi được sử dụng kết hợp, tổng của chúng) là, chẳng hạn, từ 0,0005 đến 0,05 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng của 1,4-bis(isoxyanatometyl) xyclohexan.

Sáng chế còn gồm có chế phẩm polyisoxyanat được sản xuất bằng cách sử dụng 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên.

Chế phẩm polyisoxyanat được sản xuất, cụ thể hơn là, bằng cách cải biến 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, và chứa ít nhất một nhóm chức trong số từ (a) đến (e) dưới đây.

- (a) nhóm isoxyanurat,
- (b) nhóm alophanat,
- (c) nhóm biuret,
- (d) nhóm uretan, và
- (e) nhóm ure.

Chế phẩm polyisoxyanat chứa nhóm chức được mô tả ở trên là (a) (nhóm isoxyanurat) là chất tam trùng của 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, và chẳng hạn, có thể được sản xuất bằng cách cho phép 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan phản ứng với sự có mặt của chất xúc tác tạo isoxyanurat đã biết, nhờ đó cho phép được tam trùng hóa.

Chế phẩm polyisoxyanat chứa nhóm chức được mô tả ở trên là (b) (nhóm alophanat) là sản phẩm được cải biến alophanat của 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, và chẳng hạn, có thể được sản xuất bằng cách cho phép 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan và monoalcohol phản ứng, và sau đó tiếp tục cho phản ứng với sự có mặt của chất xúc tác tạo alophanat đã biết.

Chế phẩm polyisoxyanat chứa nhóm chức (c) được mô tả ở trên (nhóm biuret) là sản phẩm được cải biến biuret của 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, và chẳng hạn, có thể được sản xuất bằng cách cho phép 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan phản ứng với, chẳng hạn, nước, rượu bậc ba (ví dụ, rượu t-butyl, v.v.), hoặc amin bậc hai (ví dụ, dimetylamin, dietylamin, v.v.), và sau đó cho chúng tiếp tục phản ứng với sự có mặt của chất xúc tác biuret hóa đã biết.

Chế phẩm polyisoxyanat chứa nhóm chức (d) được mô tả ở trên (nhóm uretan) là sản phẩm được cải biến polyol của 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, và có thể được sản xuất, chẳng hạn, bằng phản

ứng giữa 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan và thành phần polyol (ví dụ, rượu hai nhóm hydroxy và rượu ba nhóm hydroxy được mô tả dưới đây, và ưu tiên là, trimethylpropan).

Chế phẩm polyisoxyanat chứa nhóm chức (e) được mô tả ở trên (nhóm ure) là sản phẩm được cải biến polyamin của 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, và có thể được sản xuất, chẳng hạn, bằng phản ứng giữa 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, và nước, hoặc thành phần polyamin (được mô tả dưới đây).

Chế phẩm polyisoxyanat chứa ít nhất một trong số các nhóm chức trong số từ (a) đến (e) được mô tả ở trên là đủ, và có thể chứa hai hoặc nhiều nhóm chức trong số từ (a) đến (e) được mô tả ở trên. Chế phẩm polyisoxyanat như vậy được sản xuất bằng cách kết hợp thích hợp các phản ứng được mô tả ở trên.

Đối với chế phẩm polyisoxyanat, ưu tiên là, chất tam trùng (chế phẩm polyisoxyanat chứa nhóm isoxyanurat) của 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được sử dụng.

Chất tam trùng của 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan có thể chứa thêm, ngoài nhóm isoxyanurat, polyisoxyanat có nhóm iminooxadiazindion.

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên chứa chất đồng phân trans và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) với các lượng trong các khoảng cụ thể được mô tả ở trên, và do đó nhựa polyuretan có các đặc tính vật lý tuyệt vời khác nhau có thể được sản xuất.

Chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên được sản xuất bằng cách sử dụng 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên, và do đó bằng cách sử dụng chế phẩm polyisoxyanat, nhựa polyuretan có các đặc tính vật lý tuyệt vời khác nhau có thể được sản xuất.

Sáng chế bao gồm nhựa polyuretan được sản xuất bằng cách sử dụng 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên.

Cụ thể, nhựa polyuretan của sáng chế có thể được sản xuất bằng cách cho thành phần polyisoxyanat chứa 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được

mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Thành phần polyisoxyanat chứa, là các thành phần cơ bản, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên.

Thành phần polyisoxyanat có thể chứa, là thành phần tùy chọn, các polyisoxyanat khác, như là chẳng hạn, polyisoxyanat béo, polyisoxyanat vòng béo (ngoại trừ 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan), aralkyl polyisoxyanat, và polyisoxyanat thơm trong khoảng mà không gây gây hại cho các hiệu quả tuyệt vời của sáng chế.

Các ví dụ về polyisoxyanat béo bao gồm các diisoxyanat béo như là trimetylen diisoxyanat, tetrametylen diisoxyanat, pentametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat, 1,2-propylen diisoxyanat, 1,2-butylen diisoxyanat, 2,3-butylen diisoxyanat, 1,3-butylen diisoxyanat, 2,4,4- hoặc 2,2,4-trimetylhexametylen diisoxyanat, và 2,6-diisoxyanatometylcaproat.

Các ví dụ về polyisoxyanat vòng béo (ngoại trừ 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan) bao gồm vòng các diisoxyanat béo như là 1,3-xyclopentan diisoxyanat, 1,4-xyclohexan diisoxyanat, 1,3-xyclohexan diisoxyanat, 3-isoxyanatometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexyl isoxyanat (cũng được gọi là: isophoron diisoxyanat), 4,4'-metylenbis(xyclohexyl isoxyanat), metyl-2,4-xyclohexan diisoxyanat, metyl-2,6-xyclohexan diisoxyanat, 1,3-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, 1,3-bis(isoxyanato etyl)xyclohexan, 1,4-bis(isoxyanato etyl)xyclohexan, 2,5- hoặc 2,6-bis(isoxyanatometyl) norbornan (NBDI), và hỗn hợp của chúng.

Các ví dụ về aralkyl polyisoxyanat bao gồm các aralkyl diisoxyanat như là 1,3- hoặc 1,4-xylylen diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng, 1,3- hoặc 1,4-tetrametylxylylen diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng, và ω, ω' -diisoxyanato-1,4-dietylbenzen.

Các ví dụ về polyisoxyanat thơm bao gồm các diisoxyanat thơm như là 2,4-tolylen diisoxyanat, 2,6-tolylen diisoxyanat, và hỗn hợp của các chất đồng phân trong số các tolylen diisoxyanat; 4,4'-diphenylmetan diisoxyanat, 2,4'-

diphenylmetan diisoxyanat, 2,2'-diphenylmetan diisoxyanat, và hỗn hợp của bất kỳ chất đồng phân nào trong số các diphenylmetan diisoxyanat; toluylen diisoxyanat; p-phenylen diisoxyanat; và naphthalen diisoxyanat.

Hơn nữa, các dẫn xuất trong số các polyisoxyanat có thể cũng được sử dụng kết hợp. Cụ thể hơn là, các chất đa trùng (các chất nhị trùng hoặc các chất tam trùng (ví dụ, các sản phẩm được cải biến isoxyanurat)) trong số các polyisoxyanat; polyisoxyanat được cải biến biuret, polyisoxyanat được cải biến alophanat, polyisoxyanat được cải biến polyol, polyisoxyanat được cải biến oxadiazinetriol, polyisoxyanat được cải biến carbodiimid, hoặc polyisoxyanat được cải biến urethodion có thể được sử dụng kết hợp.

Khi 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên được sử dụng kết hợp với các polyisoxyanat khác, các tỷ lệ trộn của chúng tính theo tổng lượng của thành phần polyisoxyanat là như sau. 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên được chứa với lượng là 10% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 30% mol hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 90% mol hoặc ít hơn, ưu tiên là 70% mol hoặc ít hơn. Hơn nữa, polyisoxyanat khác được chứa với lượng là 10% mol hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 30% mol hoặc nhiều hơn, và chẳng hạn, 90% mol hoặc ít hơn, ưu tiên là 70% mol hoặc ít hơn.

Trong sáng chế, các ví dụ về thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính bao gồm các thành phần polyol (thành phần chủ yếu chứa polyol có hai hoặc nhiều nhóm hydroxyl), các thành phần polythiol (thành phần chủ yếu chứa polythiol có hai hoặc nhiều nhóm mercapto (nhóm thiol)), và các thành phần polyamin (hợp chất chủ yếu chứa polyamin có hai hoặc nhiều nhóm amino).

Các ví dụ về thành phần polyol trong sáng chế bao gồm các polyol trọng lượng phân tử thấp và các polyol trọng lượng phân tử cao.

Các polyol trọng lượng phân tử thấp là các hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm hydroxyl và trọng lượng phân tử trung bình theo số là dưới 400, và các ví dụ về chúng bao gồm các rượu hai nhóm hydroxy như là etylen glycol, propylen glycol, 1,3-propandiol, 1,4-butylenglycol, 1,3-butylenglycol, 1,2-butylenglycol, 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, neopentyl glycol, alkan (7 đến 22) diol, dietylen

glycol, trietylen glycol, dipropylen glycol, 3-metyl-1,5-pentanediol, alkan-1,2-diol (C17 đến 20), isosorbit, 1,3- hoặc 1,4-xyclohexandimetanol, và hỗn hợp của chúng, 1,4-xyclohexandiol, hydro hóa bisphenol A, 1,4-dihydroxy-2-buten, 2,6-dimetyl-1-octen-3,8-diol, và bisphenol A; các rượu ba nhóm hydroxy như là glyxerin và trimetylolpropan; các rượu bốn nhóm hydroxy như là tetrametylolmetan (pentaerythritol) và diglyxerol; các rượu năm nhóm hydroxy như là xylitol; các rượu sáu nhóm hydroxy như là sorbitol, mannitol, allitol, iditol, dulcitol, altritol, inositol, và dipentaerythritol; rượu bảy nhóm hydroxy như là perseitol; và các rượu tám nhóm hydroxy như là sucroza.

Polyol trọng lượng phân tử thấp cũng bao gồm polyalkylen oxit (copolyme ngẫu nhiên và/hoặc khối của hai hoặc nhiều loại alkylen oxit) được sản xuất bằng cách bổ sung các alkylen oxit như là etylen oxit và propylen oxit với các polyol trọng lượng phân tử thấp là các chất khơi mào, và có trọng lượng phân tử trung bình theo số là ít hơn 400.

Các polyol trọng lượng phân tử cao là các hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm hydroxyl và có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 400 hoặc cao hơn, và các ví dụ về chúng bao gồm polyete polyol, polyeste polyol, polycacbonat polyol, polyuretan polyol, epoxy polyol, polyol dầu thực vật, polyolefin polyol, acrylic polyol, và polyol được cải biến monome vinyl.

Các ví dụ về polyete polyol bao gồm polyalkylen polyol, polytetrametylen ete glycol, và polytrimetylen ete glycol.

Các ví dụ về polyalkylen polyol bao gồm các polyme cộng của alkylen oxit (gồm có copolyme ngẫu nhiên và/hoặc khối của hai hoặc nhiều loại alkylen oxit), như là etylen oxit và propylen oxit, sử dụng polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên hoặc polyamin thơm/béo (được mô tả dưới đây) làm chất khơi mào. Hơn nữa, polyetylen glycol có thể cũng được sử dụng. CPR (tỷ lệ polyme hóa được kiểm soát) của polyalkylen polyol gồm có polyetylen glycol là 5 hoặc thấp hơn, ưu tiên hơn nữa là 3 hoặc thấp hơn, và ưu tiên nhất là 2 hoặc thấp hơn. CPR được đo phù hợp với phương pháp được mô tả trong JIS K 1557-1. Bằng cách sử dụng polyoxyalkylen polyol có CPR trong khoảng như vậy, các phản ứng phụ dựa trên nhóm isoxyanat trong phản ứng với 1,4-

bis(isoxyanatometyl)xyclohexan của sáng chế có thể được ngăn chặn

Các ví dụ về các polytetrametylen ete glycol bao gồm sản phẩm được polyme hóa mở vòng thu được bằng cách polyme hóa cation của tetrahydrofuran, và polytetrametylen ete glycol không kết tinh thu được bằng cách copolyme hóa đơn vị polyme hóa của tetrahydrofuran và rượu hai nhóm hydroxy được mô tả ở trên.

Hơn nữa, polytetrametylen ete glycol có nguồn gốc thực vật, mà được sản xuất sử dụng tetrahydrofuran được sản xuất dựa trên dầu thực vật nguyên liệu như là furfural là nguyên liệu khởi đầu, có thể cũng được sử dụng.

Các ví dụ về polytrimetylen ete glycol bao gồm polyol được sản xuất bằng phản ứng đa ngưng tụ của 1,3-propandiol có nguồn gốc thực vật.

Các ví dụ về các polyeste polyol bao gồm sản phẩm đa ngưng tụ thu được bằng cách cho phép polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên (ưu tiên là, rượu hai nhóm hydroxy) phản ứng với axit đa chức ở các điều kiện đã biết.

Các ví dụ về các axit đa chức bao gồm các axit dicarboxylic béo được bão hòa (C11 tới 13) như là axit oxalic, axit malonic, axit succinic, axit methylsuccinic, axit glutaric, axit adipic, 1,1-dimetyl-1,3-dicarboxypropan, axit 3-metyl-3-etylglutaric, axit azelai, axit sebacic, v.v.; các axit dicarboxylic béo chưa bão hòa như là axit maleic, axit fumaric, axit itaconic, v.v.; các axit dicarboxylic thơm như là axit orthophtalic, axit isophtalic, axit terephtalic, axit toluendicarboxylic, axit naphthalendicarboxylic, v.v.; các axit dicarboxylic vòng béo như là axit hexahydrophthalic, v.v.; các axit carboxylic khác như là axit nhị trùng, axit nhị trùng được hydro hóa, axit het, v.v.. và các anhydrit axit có nguồn gốc từ các axit carboxylic này như là oxalic anhydrit, succinic anhydrit, maleic anhydrit, phtalic anhydrit, 2-alkyl (C12 đến C18) succinic anhydrit, tetrahydrophthalic anhydrit, trimellitic anhydrit, và các halogenua có nguồn gốc từ các axit carboxylic này như là oxalyl diclorua, adipoyl diclorua, và sebacoyl diclorua.

Các ví dụ về các polyeste polyol bao gồm polyeste polyol có nguồn gốc thực vật thu được bằng phản ứng ngưng tụ của axit hydroxycarboxylic như là

axit béo dầu thực vật chứa nhóm hydroxyl (ví dụ, axit béo dầu thầu dầu chứa axit ricinoleic, axit béo dầu thầu dầu được hydro hóa chứa axit 12-hydroxystearic, v.v.) với polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên ở các điều kiện đã biết.

Các ví dụ về các polyeste polyol bao gồm polycaprolactone polyol, và polyvalerolactone polyol thu được bằng cách polyme hóa mở vòng các lacton như là ϵ -caprolacton, γ -valerolacton, v.v.. sử dụng các polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên (ưu tiên là, rượu hai nhóm hydroxy) làm chất khơi mào; và các polyeste polyol gốc lacton thu được bằng cách copolyme hóa polycaprolactone polyol hoặc polyvalerolacton polyol như vậy với rượu hai nhóm hydroxy được mô tả ở trên.

Các ví dụ về các polycacbonat polyol bao gồm polyme hóa mở vòng sản phẩm của etylen cacbonat sử dụng các polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên (ưu tiên là, rượu hai nhóm hydroxy) làm chất khơi mào, và các polycacbonat polyol không kết tinh thu được bằng cách copolyme hóa các rượu hai nhóm hydroxy như là 1,4-butandiol, 1,5-pentanediol, 3-metyl-1,5-pentanediol, và 1,6-hexandiol với sản phẩm polyme hóa mở vòng.

Các polyuretan polyol có thể được sản xuất là polyeste polyuretan polyol, polyete polyuretan polyol, polycacbonat polyuretan polyol, hoặc polyeste polyete polyuretan polyol, bằng cách cho phép polyeste polyol, polyete polyol và/hoặc polycacbonat polyol thu được như được mô tả ở trên phản ứng với polyisoxyanat (gồm có 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan. Áp dụng tương tự trong phần dưới đây) ở tỷ lệ đương lượng (OH/NCO) của nhóm hydroxyl tính theo nhóm isoxyanat là lớn hơn 1.

Các ví dụ về các epoxy polyol bao gồm các epoxy polyol thu được bằng phản ứng của các polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên với halohydrin đa chức như là epiclohydrin, β -metylepiclohydrin, v.v..

Các ví dụ về các polyol dầu thực vật bao gồm dầu thực vật chứa nhóm hydroxyl như là dầu thầu dầu, dầu cọ, v.v.. Các ví dụ về chúng bao gồm polyol dầu thầu dầu, và polyol dầu thầu dầu được cải biến este thu được bằng phản ứng

của polyol dầu thầu dầu với polypropylen polyol.

Các ví dụ về các polyolefin polyol bao gồm polybutadien polyol, và copolyme etylen-vinyl axetat được xà phòng hóa một phần.

Các ví dụ về acrylic polyol bao gồm các copolyme thu được bằng cách copolyme hóa acrylat chứa nhóm hydroxyl với monome vinyl copolyme hóa được mà copolyme hóa được với acrylat chứa nhóm hydroxyl.

Các ví dụ về các acrylat chứa nhóm hydroxyl bao gồm 2-hydroxyetyl (met) acrylat, hydroxypropyl (met) acrylat, hydroxybutyl (met) acrylat, 2,2-dihydroxymetylbutyl (met) acrylat, polyhydroxyalkylmaleat, và polyhydroxyalkylfumarat. Ưu tiên là, 2-hydroxyetyl (met) acrylat được sử dụng.

Các ví dụ về các monome vinyl copolyme hóa được bao gồm alkyl (met)acrylat (1 tới 12 nguyên tử cacbon) như là metyl (met)acrylat, etyl (met)acrylat, propyl (met)acrylat, isopropyl (met)acrylat, butyl (met)acrylat, isobutyl (met)acrylat, s-butyl (met)acrylat, t-butyl (met)acrylat, pentyl (met)acrylat, isopentyl (met)acrylat, hexyl (met)acrylat, isononyl (met)acrylat, 2-etylhexyl (met)acrylat, xyclohexylacrylat, và isobornyl (met)acrylat; các monome vinyl thơm như là styren, vinyltoluen, và α -metylstyren; vinyl xyanua như là (met) acrylonitril; các monome vinyl chứa các nhóm carboxyl như là axit (met) acrylic, axit fumaric, axit maleic, và axit itaconic hoặc các este alkyl của chúng; alkanepolyol poly (met)acrylat như là etylen glycol di(met)acrylat, butyleneglycol di(met)acrylat, hexandiol di(met)acrylat, oligoetylen glycol di(met)acrylat, trimetylolpropan di(met)acrylat, và trimetylolpropan tri (met)acrylat; và các monome vinyl chứa các nhóm isoxyanat như là 3-(2-isoxyanato-2-propyl)- α -metylstyren.

Acrylic polyol có thể được sản xuất bằng cách copolyme hóa các acrylat chứa nhóm hydroxyl này, và các monome vinyl copolyme hóa được với sự có mặt của dung môi thích hợp và chất khơi mào polyme hóa.

Các ví dụ về acrylic polyol bao gồm silicon polyol và flo polyol.

Các ví dụ về các silicon polyol bao gồm acrylic polyol trong đó đối với monome vinyl copolyme hóa được, chẳng hạn, hợp chất silicon chứa nhóm

vinyl như là γ -methacryloxypropyltrimetoxysilan được phối trộn trong copolyme hóa acrylic polyol được mô tả ở trên.

Các ví dụ về các flo polyol bao gồm acrylic polyol trong đó đối với monome vinyl copolyme hóa được, chẳng hạn, hợp chất flo chứa nhóm vinyl như là tetrafloetylen, hoặc clotrifloetylen được phối trộn trong copolyme hóa acrylic polyol được mô tả ở trên.

Polyol được cải biến monome vinyl có thể được sản xuất bằng cách cho phép polyol trọng lượng phân tử cao được mô tả ở trên phản ứng với monome vinyl.

Đối với polyol trọng lượng phân tử cao, ưu tiên là, polyol trọng lượng phân tử cao được lựa chọn từ polyete polyol, polyeste polyol, và polycacbonat polyol được sử dụng.

Các ví dụ về các monome vinyl bao gồm alkyl (met) acrylat, vinyl xyanua, và vinylidene xyanua được mô tả ở trên. Các monome vinyl này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại. Trong số các monome vinyl, ưu tiên là, alkyl (met) acrylat được sử dụng.

Polyol được cải biến monome vinyl có thể được sản xuất bằng cách cho phép các polyol trọng lượng phân tử cao này phản ứng với các monome vinyl với sự có mặt của, chẳng hạn, chất khơi mào polyme hóa gốc (ví dụ, persulfat, peroxit hữu cơ, hợp chất azo, v.v.).

Các thành phần polyol này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Các ví dụ về thành phần polythiol bao gồm các polythiol béo, các polythiol thơm, các polythiol chứa vòng dị vòng, các polythiol béo chứa nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm mercapto, các polythiol thơm chứa nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm mercapto, và các polythiol chứa vòng dị vòng chứa nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm mercapto.

Các ví dụ về polythiol béo bao gồm metanedithiol, 1,2-ethanedithiol, 1,1-propandithiol, 1,2-propandithiol, 1,3-propandithiol, 1,4-butanedithiol, 1,5-pentanedithiol, 2,2-propandithiol, 1,6-hexanedithiol, 1,2,3-propantrithiol, 1,1-

xyclohexan dithiol, 1,2-xyclohexandithiol, 2,2-dimetylpropan-1,3-dithiol, 3,4-dimetoxybutan-1,2-dithiol, 2-metylxyclohexan-2,3-dithiol, 1-metylxyclohexan-2,3-dithiol, bixyclo[2,2,1]hepta-exo-cis-2,3-dithiol, tetrakis(mercaptometyl)metan, 1,1-bis(mercaptometyl)xyclohexan, bis(2-mercaptoetyl) thiomalat, axit 2,3-dimercaptosucxinic (2-mercaptoetylēste), 2,3-dimercapto-1-propanol (2-mercaptoaxetat), 2,3-dimercapto-1-propanol (3-mercaptopropionat), dietylen glycol bis(2-mercaptoaxetat), dietylen glycol bis(3-mercaptopropionat), 1,2-dimercaptopropyl metyl ete, 2,3-dimercaptopropyl metyl ete, 2,2-bis(mercaptometyl)-1,3-propandithiol, bis(2-mercaptoetyl) ete, etylen glycol bis(2-mercaptoaxetat), etylen glycol bis(3-mercaptopropionat), trimetylolpropan bis(2-mercaptoaxetat), trimetylolpropan bis(3-mercaptopropionat), 3-mercapto-1,2-propandioldis(2-mercaptoaxetat), 3-mercapto-1,2-propandioldi(3-mercaptopropionat), trimetylolpropantris (2-mercaptoaxetat), trimetylolpropan (3-mercaptopropionat), trimetyloletanetris (2-mercaptoaxetat), trimetyloletanetris (3-mercaptopropionat), pentaerythritol tetrakis(2-mercaptoaxetat), pentaerythritol tetrakis(3-mercaptopropionat), glyxerintris (2-mercaptoaxetat), glyxerintris (3-mercaptopropionat), 1,4-xyclohexandioldis(2-mercaptoaxetat), và 1,4-xyclohexandioldis(3-mercaptopropionat).

Các ví dụ về polythiol thơm bao gồm 1,2-dimercaptobenzen, 1,3-dimercaptobenzen, 1,4-dimercaptobenzen, 1,2-bis(mercaptometyl)benzen, 1,3-bis(mercaptometyl)benzen, 1,4-bis(mercaptometyl)benzen, 1,2-bis(mercaptoetyl)benzen, 1,3-bis(mercaptoetyl)benzen, 1,4-bis(mercaptoetyl)benzen, 1,2-bis(mercapto metylenoxy)benzen, 1,3-bis(mercaptometylenoxy)benzen, 1,4-bis(mercaptometylenoxy)benzen, 1,2-bis(mercaptoetylenoxy)benzen, 1,3-bis(mercaptoetylenoxy)benzen, 1,4-bis(mercaptoetylenoxy)benzen, 1,2,3-trimercapto benzen, 1,2,4-trimercapto benzen, 1,3,5-trimercapto benzen, 1,2,3-tris(mercaptometyl)benzen, 1,2,4-tris(mercaptometyl)benzen, 1,3,5-tris(mercaptometyl)benzen, 1,2,3-tris(mercaptoetyl)benzen, 1,2,4-tris(mercaptoetyl)benzen, 1,3,5-tris(mercaptoetyl)benzen, 1,2,3-tris(mercaptometylenoxy)benzen, 1,2,4-tris(mercaptometylenoxy)benzen, 1,3,5-tris(mercaptometylenoxy)benzen, 1,2,3-

tris(mercaptoetylenoxy)benzen, 1,2,4-tris(mercaptoetylenoxy)benzen, 1,3,5-tris(mercaptoetylenoxy)benzen, 1,2,3,4-tetramercaptobenzen, 1,2,3,5-tetramercaptobenzen, 1,2,4,5-tetramercaptobenzen, 1,2,3,4-tetrakis(mercaptometyl)benzen, 1,2,3,5-tetrakis (mercaptometyl) benzen, 1,2,4,5-tetrakis(mercaptometyl)benzen, 1,2,3,4-tetrakis(mercaptoetyl)benzen, 1,2,3,5-tetrakis(mercaptoetyl)benzen, 1,2,4,5-tetrakis(mercaptoetyl)benzen, 1,2,3,4-tetrakis(mercaptometylenoxy)benzen, 1,2,3,5-tetrakis(mercaptometylenoxy)benzen, 1,2,4,5-tetrakis(mercaptoetylenoxy)benzen, 1,2,3,4-tetrakis(mercaptoetylenoxy)benzen, 1,2,4,5-tetrakis(mercaptoetylenoxy)benzen, 2,2'-dimercaptobiphenyl, 4,4'-dimercaptobiphenyl, 4,4'-dimercaptobibenzyl, 2,5-toluendithiol, 3,4-toluendithiol, 1,4-naphthalenedithiol, 1,5-naphthalenedithiol, 2,6-naphthalenedithiol, 2,7-naphthalenedithiol, 2,4-dimetylbenzen-1,3-dithiol, 4,5-dimetylbenzen-1,3-dithiol, 9,10-anthracenedimetanthiol, 1,3-di(p-metoxypheyl)propan-2,2-dithiol, 1,3-diphenylpropan-2,2-dithiol, phenylmetan-1,1-dithiol, và 2,4-di(p-mercaptophenyl)pentan.

Các ví dụ về polythiol chứa vòng dị vòng bao gồm 2-metylamo-4,6-dithiol-sym-triazin, 2-etylamo-4,6-dithiol-sym-triazin, 2-amino-4,6-dithiol-sym-triazin, 2-morpholino-4,6-dithiol-sym-triazin, 2-xyclohexylamo-4,6-dithiol-sym-triazin, 2-metoxi-4,6-dithiol-sym-triazin, 2-phenoxy-4,6-dithiol-sym-triazin, 2-thiobenzenoxy-4,6-dithiol-sym-triazin, và 2-thiobutyloxy-4,6-dithiol-sym-triazin.

Các ví dụ về các polythiol béo chứa nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm mercapto bao gồm bis(mercaptometyl)sulfua, bis(mercaptoetyl)sulfua, bis(mercaptopropyl)sulfua, bis(mercaptometylthio)metan, bis(2-mercaptoetylthio)metan, bis(3-mercaptopropylthio)metan, 1,2-bis(mercaptometylthio)etan, 1,2-bis(2-mercaptoetylthio)etan, 1,2-bis(3-mercaptopropyl)etan, 1,3-bis(mercaptometylthio)propan, 1,3-bis(2-mercaptoetylthio)propan, 1,3-bis(3-mercaptopropylthio)propan, 1,2,3-tris(mercaptometylthio)propan, 1,2,3-tris(2-mercaptoetylthio)propan, 1,2,3-

tris(3-mercaptopropylthio)propan, tetrakis(mercaptometylthiometyl)metan, tetrakis(2-mercaptoetylthiometyl)metan, tetrakis(3-mercaptopropylthiometyl)metan, bis(2,3-dimercaptopropyl)sulfua, 2,5-dimercapto-1,4-dithian, 2,5-dimercaptometyl-1,4-dithian, bis(mercaptometyl)disulfua, bis(mercaptoetyl)disulfua, bis(mercaptopropyl)disulfua, và tương tự, và axit thioglycolic và các este axit mercaptopropionic của các hợp chất được nêu ở trên, hydroxymetylsulfua bis(2-mercapto axetat), hydroxymetylsulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxyetylsulfua bis(2-mercapto axetat), hydroxyetylsulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxypropylsulfua bis(2-mercaptoaxetat), hydroxypropylsulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxymetyldisulfua bis(2-mercapto axetat), hydroxymetyldisulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxyetyldisulfua bis(2-mercapto axetat), hydroxyetyldisulfua bis(3-mercaptopropionat), hydroxypropyldisulfua bis(2-mercapto axetat), hydroxypropyldisulfua bis(3-mercaptopropionat), 2-mercaptoetylete bis(2-mercaptoaxetat), 2-mercaptoetylete bis(3-mercaptopropionat), 1,2-bis [(2-mercaptoetyl)thio]-3-mercaptopropan, 1,4-dithian-2,5-diol bis(2-mercapto axetat), 1,4-dithian-2,5-diol bis(3-mercaptopropionat), axit thiodiglycolic bis(2-mercaptoetylete), axit thiodipropionic bis(2-mercaptoetylete), axit 4,4-thiodibutyric bis (2-mercaptoetylete), axit dithiodiglycolic bis(2-mercaptoetylete), axit dithiodipropionic bis(2-mercaptoetylete), axit 4,4-dithiodibutyric bis (2-mercaptoetylete), axit thioglycolic bis(2,3-dimercaptopropyleste), axit thiodipropionic bis(2,3-dimercaptopropyleste), axit dithioglycolic bis(2,3-dimercaptopropyleste), axit dithiodipropionic bis(2,3-dimercaptopropyleste), 1,2-bis(2-mercaptoetylthio)-3-propan thiol, 4-mercaptometyl-1,8-dimercapto-3,6-dithiaoctan, 5,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,7-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 4,8-dimercaptometyl-1,11-dimercapto-3,6,9-trithiaundecan, 1,1,3,3-tetrakis(mercaptometylthio) propan, 4,6-bis(mercaptometylthio)-1,3-dithian, và 2-(2,2-bis(mercaptometylthio) etyl)-1,3-dithietan.

Các ví dụ về các polythiol thơm chứa nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm

mercapto bao gồm 1,2-bis(mercaptomethylthio)benzen, 1,3-bis(mercaptomethylthio)benzen, 1,4-bis(mercaptomethylthio)benzen, 1,2-bis(mercaptoethylthio)benzen, 1,3-bis(mercaptoethylthio)benzen, 1,4-bis(mercaptoethylthio)benzen, 1,2,3-tris(mercaptomethylthio)benzen, 1,2,4-tris(mercaptomethylthio)benzen, 1,3,5-tris(mercaptomethylthio)benzen, 1,2,3-tris(mercaptoethylthio)benzen, 1,2,4-tris(mercaptoethylthio)benzen, 1,3,5-tris(mercaptoethylthio)benzen, 1,2,3,4-tetrakis(mercaptomethylthio)benzen, 1,2,3,5-tetrakis(mercaptomethylthio)benzen, 1,2,4,5-tetrakis(mercaptomethylthio)benzen, 1,2,3,4-tetrakis(mercaptoethylthio)benzen, 1,2,3,5-tetrakis(mercaptoethylthio)benzen, và tương tự, và các sản phẩm được alkyl hóa nhân của các hợp chất được nêu ở trên.

Các ví dụ về các polythiol chứa vòng dị vòng chứa nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm mercapto bao gồm 3,4-thiophenedithiol, 2,5-dimercapto-1,3,4-thiadiazol, và tương tự, và các este axit thioglycolic và các este axit mercaptopropionic của các hợp chất được nêu ở trên.

Các ví dụ nữa về thành phần polythiol bao gồm hợp chất được thế halogen của các polythiol này, như là hợp chất được thế clo và hợp chất được thế brom của các thành phần polythiol.

Các polythiol này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Các ví dụ về các thành phần polyamin bao gồm polyamin thơm, aralkyl polyamin, polyamin vòng béo, polyamin béo, rượu amino, hợp chất alkoxysilyl có nhóm amino bậc một, hoặc nhóm amino bậc một và nhóm amino bậc hai, và polyamin chứa nhóm polyoxyetylen.

Các ví dụ về polyamin thơm bao gồm các polyamin thơm bậc một như là 2,4-tolylendiamin (2,4-diaminotoluen), 2,6-tolylendiamin (2,6-diaminotoluen), 4,4'-diphenylmetandiamin, 2,4'-diphenylmetandiamin, 2,2'-diphenylmetandiamin, 4,4'-diphenyletediamin, 2-nitrodiphenyl-4,4'-diamin, 2,2'-diphenylpropan-4,4'-diamin, 3,3'-dimetyldiphenylmetan-4,4'-diamin, 4,4'-

diphenylpropan diamin, m-phenylendiamin, p-phenylendiamin, naphthylen-1,4-diamin, naphthylen-1,5-diamin, và 3,3'-dimetoxydiphenyl-4,4'-diamin; và các polyamin thơm bậc hai như là N,N'-dialkyl-2,4-tolylendiamin (N,N'-dialkyl-2,4-diaminotoluen), N,N'-dialkyl-2,6-tolylendiamin (N,N'-dialkyl-2,6-diaminotoluen), N,N'-dialkyl-4,4'-diphenylmetandiamin, N,N'-dialkyl-2,4'-diphenylmetandiamin, N,N'-dialkyl-2,2'-diphenylmetandiamin, N,N'-dialkyl-4,4'-diphenyletediamin, N,N'-dialkyl-2-nitrodiphenyl-4,4'-diamin, N,N'-dialkyl-2,2'-diphenylpropan -4,4'-diamin, N,N'-dialkyl-3,3'-dimetyldiphenylmetan-4,4'-diamin, N,N'-dialkyl-4,4'-diphenylpropan diamin, N,N'-dialkyl-m-phenylendiamin, N,N'-dialkyl-p-phenylendiamin, naphthylen-1,4-diamin, N,N'-dialkyl-naphthylen-1,5-diamin, và N,N'-dialkyl-3,3'-dimetoxydiphenyl-4,4'-diamin.

Các ví dụ về polyamin aralkyl bao gồm các polyamin bậc một aralkyl như là 1,3- hoặc 1,4-xylylendiamin hoặc hỗn hợp của chúng, 1,3-tetrametylxylylendiamin (1,3-di (2-amino-2-metyletyl) benzen), và 1,4-tetrametylxylylendiamin (1,4-bis(2-amino-2-metyletyl) benzen); và các polyamin bậc hai aralkyl như là N,N'-dialkyl-1,3-bis(aminometyl) benzen, N,N'-dialkyl-1,4-bis(aminometyl) benzen, N,N'-dialkyl-1,3-tetrametylxylylendiamin (N,N'-dialkyl-1,3-di (2-amino-2-metyletyl) benzen), và N,N'-dialkyl-1,4-tetrametylxylylendiamin (N,N'-dialkyl-1,4-bis(2-amino-2-metyletyl) benzen).

Các ví dụ về polyamin vòng béo bao gồm các polyamin bậc một vòng béo như là 3-aminometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexylamin (cũng được gọi là: isophorondiamin), 4,4'-dixyclohexylmetandiamin (cũng được gọi là: 4,4'-metylenbis(xyclohexylamin)), 4,4'-metylenbis(2-metylxcyclohexylamin), 2,5 (2,6)-bis(aminometyl) bixyclo[2.2.1]heptan, 1,2-, 1,3- hoặc 1,4-xyclohexandiamin, 1-amino-3-aminometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexan, bis-(4-aminoxyclohexyl) metan, 3,9-bis(3-aminopropyl)-2,4,8,10-tetraoxaspiro[5,5]undecan, 1,3- và 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan, và hỗn hợp của chúng, 2,4-tolylendiamin được hydro hóa, 2,6-tolylendiamin được hydro hóa, và triaminoxyclohexan; và các polyamin bậc hai vòng béo như là N,N'-dialkyl-diaminoxyclobutan, N,N'-dialkyl-isophorondiamin (N,N'-dialkyl-3-

aminometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexylamin), N,N'-diisopropyl-isophorondiamin (tên thương mại: JEFLINK754, được sản xuất bởi Huntsman), N,N'-dialkyl-1,2-diaminoxyclohexan, N,N'-dialkyl-1,3-diaminoxyclohexan, N,N'-dialkyl-1,4-diaminoxyclohexan, N,N'-dialkyl-1,3-bis(aminometyl)xcyclohexan, N,N'-dialkyl-1,4-bis(aminometyl)xcyclohexan, N,N'-dialkyl-4,4'-metylenbis(xyclohexylamin)(cũng được gọi là 4,4'-metylenbis(N-alkylxcyclohexanamin)), 4,4'-, metylenbis[N-(1-metylpropyl)xcyclohexanamin](tên thương mại: CLEARLINK1000, được sản xuất bởi Dorf Ketal Chemicals), N,N'-dialkyl-4,4'-metylenbis(2-metylxcyclohexylamin)(cũng được gọi là 4,4'-metylenbis(2-metyl-N-alkylxcyclohexanamin)), 4,4'-metylenbis[2-metyl-N-(1-metylpropyl)xcyclohexanamin](tên thương mại: CLEARLINK3000, được sản xuất bởi Dorf Ketal Chemicals), N,N'-dialkyl-2,5-bis(aminometyl) bixyclo[2,2,1]heptan, N,N'-dialkyl-2,6-bis(aminometyl) bixyclo[2,2,1]heptan, 2,4-tolylendiamin được hydro hóa- N,N'-dialkyl, 2,6-tolylendiamin được hydro hóa N,N'-dialkyl, và N,N',N''-trialkyl-triaminoxyclohexan.

Các ví dụ về polyamin béo bao gồm các polyamin bậc một béo như là etylen diamin, propylen diamin, 1,3-propan diamin, 1,4-butandiamin, 1,3-pentandiamin, 1,5-pentandiamin, 1,6-hexametylendiamin, 1,7-diaminoheptan, 1,8-diaminooctan, 1,9-diaminononan, 1,10-diaminodecan, 1,12-diaminododecan, 2,2,4-trimetylhexametylendiamin, 2,4,4-trimetylhexametylendiamin, tetrametylendiamin, hydrazin (gồm có hydrat), 1,2,3-triaminopropan, triaminohexan, triaminononan, triaminododecan, 1,8-diamino-4-aminometyloctan, 1,3,6-triaminohexan, 1,6,11-triaminoundecan, 3-aminometyl-1,6-diaminohexan, dietylen triamin, trietylentetramin, và tetraetylenpentamin; và các polyamin bậc hai béo như là N,N'-dialkyl-1,2-diaminoetan (N,N'-dialkyl-etylen diamin), N,N'-dialkyl-1,3-diaminopropan, N,N'-dialkyl-1,4-diaminobutan (N,N'-dialkyl-1,4-tetrametylendiamin), N,N'-dialkyl-1,5-diaminopentan (N,N'-dialkyl-1,5-pentametylendiamin), N,N'-dialkyl-1,6-diaminohexan (N,N'-dialkyl-1,6-hexametylendiamin), N,N'-bis(1,2,2-trimetylpropyl)-1,6-hexandiamin (tên thương mại: Ethacure90, được sản xuất bởi Albemare), N,N'-dialkyl-1,7-

diaminoheptan, N,N'-dialkyl-1,8-diaminooctan, N,N'-dialkyl-1,9-diaminononan, N,N'-dialkyl-1,10-diaminodecan, N,N'-dialkyl-1,12-diaminododecan, N,N'-dialkyl-2,2,4-trimethylhexametylendiamin, N,N'-dialkyl-2,4,4-trimethylhexametylendiamin, N,N'-dialkyl-tetrametylendiamin, N,N',N''-trialkyl-1,2,3-triaminopropan, N,N',N''-trialkyl-triaminohexan, N,N',N''-trialkyl-triaminononan, N,N',N''-trialkyl-triaminododecan, N,N',N''-trialkyl-1,8-diamino-4-aminometyloctan, N,N',N''-trialkyl-1,3,6-triaminohexan, N,N',N''-trialkyl-1,6,11-triaminoundecan, và N,N',N''-trialkyl-3-aminometyl-1,6-diaminohexan.

Các ví dụ về rượu amino bao gồm N-(2-aminoethyl) etanolamin.

Các ví dụ về hợp chất alkoxysilyl có nhóm amino bậc một, hoặc nhóm amino bậc một và nhóm amino bậc hai bao gồm monoamin chứa nhóm alkoxysilyl như là γ -aminopropyltriethoxysilan, và N-phenyl- γ -aminopropyltrimethoxysilan; N- β (aminoethyl) γ -aminopropyltrimethoxysilan; và N- β (aminoethyl) γ -aminopropylmetyldimethoxysilan.

Các ví dụ về các polyamin chứa nhóm polyoxyetylen bao gồm polyoxyalkylen ete diamin như là polyoxyetylen ete diamin. Cụ thể hơn là, các ví dụ về chúng bao gồm PEG#1000 diamin được sản xuất bởi NOF Corporation, Jeffamin ED-2003, EDR-148, và XTJ-512 được sản xuất bởi Huntsman Inc.

Các thành phần polyamin này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Khi trọng lượng phân tử của nhựa polyuretan được điều chỉnh, là thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, monol và/hoặc monoamin có thể được sử dụng kết hợp với các thành phần được mô tả ở trên.

Các ví dụ về monol bao gồm metanol, etanol, propanol, butanol, rượu 2-ethylhexyl, rượu stearyl, các alkanol (C5-38) khác và rượu chưa bão hòa béo (C9-24), rượu alkenyl, 2-propen-1-ol, alkadienol (C6-8), và 3,7-dimetyl-1,6-octadien-3-ol.

Các ví dụ về monoamin bao gồm dimetylamin, dietylamin, di-n-propylamin, diisopropylamin, di-n-butylamin, diisobutylamin, di-t-butylamin,

dihexylamin, 2-etylhexylamin, 3-metoxypopylamin, 3-etoxypopylamin, 3-(2-etylhexyloxypropylamin), 3-(dodexyloxy) propylamin, và morpholin.

Trong sáng chế, chất phụ gia đã biết có thể tùy ý được bổ sung nếu cần.

Trong sáng chế, thành phần polyisoxyanat chứa hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) ở tỷ lệ định trước, và do đó nhựa polyuretan chứa hợp chất amin tương ứng với hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1), tức là, cấu tạo có nguồn gốc từ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (2) ở tỷ lệ tương ứng được định trước (tức là, tỷ lệ định trước tính theo nhựa polyuretan).

Sau đó, trong nhựa polyuretan của sáng chế, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên được sử dụng là thành phần polyisoxyanat. Do đó, các đặc tính vật lý cần thiết cho các ứng dụng khác nhau có thể được cải thiện.

Như vậy, nhựa polyuretan của sáng chế có thể được sử dụng trong các ứng dụng khác nhau bao gồm, chẳng hạn, các elastome (dung dịch polyuretan, polyuretan chứa nước, đúc nhiệt nóng chảy (đúc quánh, đúc quay), bột uretan, elastome uretan dẻo nhiệt (TPU), elastome uretan rắn nhiệt (TSU), uretan đúc phun, sợi đàn hồi xe nóng chảy hoặc xe khô), các loại sơn (chủ yếu là tác nhân hóa rắn gốc dung dịch, gốc bột: sản phẩm cộng, alophanat, biuret, urethodion, polyisoxyanurat, iminoxadiazinedion, và hỗn hợp của chúng), chất kết dính công nghiệp hoặc nóng chảy, nguyên liệu hàn, bột polyuretan, và gel. Chúng có thể cũng được sử dụng để sản xuất các dẫn xuất của polyimit, polyamit, polyamit-imit, và oxazolin, chẳng hạn.

Các ví dụ về các vật dụng đúc được sản xuất bằng cách sử dụng nhựa polyuretan của sáng chế bao gồm sợi, màng, tấm, vải không dệt, màng, tấm, đồ dùng thể thao gồm bóng gôn, quần áo bơi, quần áo độn, quần áo lót, giày, và phần tay cầm dụng cụ thể thao, quần áo đồng phục, ống thông đường tiểu nước tiểu, đường ống, vòi, vật liệu bọc đèn nội soi, vỏ bọc dùng cho điện thoại thông minh và máy tính bảng, chất gắn mực in, nguyên liệu bọc pin năng lượng mặt trời, các vật liệu đeo mắt dùng cho thấu kính quang học (thấu kính đeo mắt và

kính râm), khung đeo mắt, nhựa trong suốt, da nhân tạo hoặc da tổng hợp, vật dụng đúc RIM, các bộ phận nội thất và ngoại thất ô tô, các bộ phận tàu cao tốc, các bộ phận dùng trong vận tải, trục lăn, bánh xe, lốp xe, gel, bột, miếng đệm, và phần đệm phòng.

Trong phần dưới đây, phương pháp sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế phù hợp với các ứng dụng được giải thích.

Trước tiên, phần mô tả được đưa ra cho trường hợp mà các elastome (TPU và TSU) được sản xuất là nhựa polyuretan của sáng chế.

Thành phần polyisoxyanat để sản xuất các elastome là nhựa polyuretan của sáng chế bao gồm 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên, và ưu tiên là, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên được sử dụng đơn.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là các elastome, các ví dụ về thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được mô tả ở trên bao gồm thành phần polyol được mô tả ở trên.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, ưu tiên là, polyol trọng lượng phân tử cao được mô tả ở trên được sử dụng.

Khi elastome uretan dẻo nhiệt (TPU) được sản xuất, ưu tiên hơn là, các polyol polyete như là polytetrametylen ete glycol và polyetylen glycol, polyeste polyol, polycaprolacton polyol, và polycarbonat polyol được sử dụng. Cụ thể, khi polyetylen glycol được sử dụng là thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, elastome uretan dẻo nhiệt (TPU) có khả năng thấm ẩm tuyệt vời có thể được sản xuất, và hơn nữa, khi polytetrametylen ete glycol, hoặc polycarbonat polyol được sử dụng, elastome uretan dẻo nhiệt (TPU) có các đặc tính cơ học tuyệt vời có thể được sản xuất.

Khi elastome uretan rắn nhiệt (TSU) được sản xuất, ưu tiên hơn là, polyete polyol, polycaprolacton polyol, polyeste polyol được sử dụng, và ưu tiên hơn nữa là, polytetrametylen ete glycol, và polycaprolacton polyol được sử dụng.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là các elastome, polyol trọng lượng phân tử cao có chỉ số hydroxyl là, chẳng hạn, từ 10 đến 125 mgKOH/g,

và trọng lượng phân tử trung bình theo số là, chẳng hạn, từ 400 đến 5000, ưu tiên là từ 1000 đến 3000, ưu tiên hơn nữa là từ 1000 đến 2500.

Chỉ số hydroxyl có thể được xác định bằng cách axetyl hóa hoặc phthalat hóa theo phương pháp A hoặc B của JIS K 1557-1. Chỉ số hydroxyl và đương lượng hydroxyl thỏa mãn mối quan hệ của biểu thức (1) dưới đây:

$$\text{Chỉ số hydroxyl} = 56100/\text{đương lượng hydroxyl} \quad (1)$$

Trọng lượng phân tử trung bình theo số có thể được xác định bởi đương lượng hydroxyl và độ chức trung bình, và độ chức trung bình có thể được xác định bởi biểu thức dưới đây (2):

$$\text{Độ chức trung bình} = \text{tổng (độ chức của mỗi polyol} \times \text{số các đương lượng)}/\text{tổng của số các đương lượng của mỗi polyol} \quad (2)$$

Hơn nữa, đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, nếu cần, chẳng hạn, polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên, thành phần polythiol, thành phần polyamin, monol và/hoặc monoamin có thể được phối trộn ở tỷ lệ thích hợp. Ưu tiên là, polyol trọng lượng phân tử thấp và/hoặc thành phần polyamin được phối trộn, và ưu tiên hơn là, khi elastome uretan dẻo nhiệt (TPU) được sản xuất, rượu hai nhóm hydroxy được phối trộn, và khi elastome uretan rắn nhiệt (TSU) được sản xuất, rượu hai nhóm hydroxy và rượu ba nhóm hydroxy được phối trộn.

Sau đó, nhựa polyuretan của sáng chế có thể được sản xuất là elastome bằng phương pháp polyme hóa như là polyme hóa khối hoặc polyme hóa dung dịch.

Trong polyme hóa khối, chẳng hạn, khi thành phần polyisoxyanat được khuấy trong dòng nitơ, thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được bổ sung vào đó, và hỗn hợp được cho phản ứng ở nhiệt độ phản ứng từ 50 đến 250°C, ưu tiên là 50 đến 200°C trong khoảng 0,5 đến 15 giờ.

Trong polyme hóa dung dịch, thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được bổ sung vào dung môi hữu cơ, và hỗn hợp được cho phản ứng ở nhiệt độ phản ứng là từ 50 đến 120°C, hoặc ưu tiên hơn là từ 50 đến 100°C trong khoảng từ 0,5 đến 15 giờ.

Các ví dụ về dung môi hữu cơ bao gồm các keton như là axeton, methyl keton, methyl isobutyl keton, và cyclohexanon; các nitril như là axetonitril; các este alkyl như là methyl axetat, ethyl axetat, butyl axetat, và isobutyl axetat; các hydrocacbon béo như là n-hexan, n-heptan, và octan; các hydrocacbon vòng béo như là cyclohexan và methylcyclohexan; các hydrocacbon thơm như là toluen, xylen, và ethylbenzen; các este glycol ete như là methyl xenlosolve axetat, ethyl xenlosolve axetat, methyl carbitol axetat, ethyl carbitol axetat, etylen glycol etyl ete axetat, propylen glycol methyl ete axetat, 3-methyl-3-metoxi butyl axetat, và ethyl-3-etoxy propionat; các ete như là diethyl ete, tetrahydrofuran, và dioxan; các hydrocacbon béo được halogen hóa như là methyl clorua, metylen clorua, clorofom, cacbon tetraclorea, methyl bromua, metylen iodua, và dicloetan; và các dung môi phân cực không proton như là N-methylpyrrolidon, dimethylformamit, N,N'-dimethylaxetamit, dimethyl sulfoxit, và hexamethyl phosphoramit.

Thêm nữa, trong phản ứng polyme hóa được nêu ở trên, các chất xúc tác uretan hóa như là các amin hoặc các hợp chất hữu cơ kim loại có thể tùy ý được bổ sung, và polyisoxyanat tự do (chưa phản ứng) có thể được loại bỏ khỏi tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat thu được bằng biện pháp loại bỏ đã biết như là chưng cất hoặc chiết.

Các ví dụ về các amin bao gồm các amin bậc ba như là triethylamin, triethylendiamin, bis-(2-dimethylaminoethyl) ete, và N-methylmorpholin; các muối amoni bậc bốn như là tetraethyl hydroxyl amoni; và các imidazol như là imidazol và 2-ethyl-4-methylimidazol.

Các ví dụ về hợp chất hữu cơ kim loại bao gồm các hợp chất hữu cơ thiếc như là thiếc axetat, thiếc octylat, thiếc oleat, thiếc laurat, dibutyl thiếc diaxetat, dimethyl thiếc dilaurat, dibutyl thiếc dilaurat, dibutyl thiếc dimercaptit, dibutyl thiếc maleat, dibutyl thiếc dilaurat, dibutyl thiếc dineodecanoat, dioctyl thiếc dimercaptit, dioctyl thiếc dilaurylat, và dibutyl thiếc diclorea; các hợp chất hữu cơ chì như là chì octanoat và chì naphthenat; các hợp chất hữu cơ niken như là niken naphthenat; các hợp chất hữu cơ coban như là coban naphthenat; các hợp chất hữu cơ đồng như là octenat đồng; các hợp chất hữu cơ bismut như là bismut octylat và bismut neodecanoat; các hợp chất hữu cơ ziriconi như là

ziriconi axetylaxeton chelat; các hợp chất hữu cơ titan như là chelat axit axetoaxetic titan và bis(2-etylhexanoic axit) titan; và các hợp chất hữu cơ sắt như là chelat axetylaxeton sắt.

Các ví dụ về chất xúc tác uretan hóa cũng bao gồm các muối kali như là kali cacbonat, kali axetat, và kali octoat.

Các chất xúc tác uretan hóa này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Trong polyme hóa khối và polyme hóa dung dịch, chẳng hạn, thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được phối trộn sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính (nhóm hydroxyl, nhóm mercapto, và nhóm amino) trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,75 đến 1,3, hoặc ưu tiên là từ 0,9 đến 1,1.

Thêm nữa, khi phản ứng polyme hóa nêu trên được thực hiện công nghiệp, nhựa polyuretan có thể được sản xuất bằng quy trình đã biết như là quy trình một công đoạn và quy trình tiền chất polyme.

Trong quy trình một công đoạn, chẳng hạn, thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được điều chế (được trộn) sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat sao với nhóm hydro hoạt tính (nhóm hydroxyl, nhóm mercapto, và nhóm amino) trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,75 đến 1,3, hoặc ưu tiên là từ 0,9 đến 1,1, và sau đó, hỗn hợp được đưa đi phản ứng hóa rắn ở nhiệt độ là, chẳng hạn, từ nhiệt độ trong phòng đến 250°C, hoặc ưu tiên là từ nhiệt độ trong phòng đến 200°C, chẳng hạn, trong thời gian từ 5 phút đến 72 giờ, hoặc ưu tiên là trong thời gian từ 4 đến 24 giờ. Nhiệt độ hóa rắn có thể là nhiệt độ không đổi, hoặc có thể được tăng lên/được giảm đi từng bậc.

Trong phản ứng hóa rắn, thành phần polyisoxyanat và/hoặc thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được ưu tiên là được làm ấm để tạo độ nhớt thấp và sau đó được trộn. Sau đó, hỗn hợp tùy ý được khử bọt, và sau đó được phun vào

khuôn đúc được gia nhiệt trước.

Sau khi hỗn hợp được phun vào khuôn đúc và được đưa đi phản ứng, sản phẩm được tháo khỏi khuôn đúc, sao cho nhựa polyuretan được tạo thành hình dạng mong muốn có thể được sản xuất. Sau khi tháo khuôn đúc, nhựa polyuretan có thể tùy ý được gia hóa ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng 7 ngày.

Theo cách khác, trong quy trình tiền chất polyme, chẳng hạn, đầu tiên, thành phần isoxyanat và một phần của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính (ưu tiên là, polyol trọng lượng phân tử cao) được cho phản ứng nhờ đó tổng hợp tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat có nhóm isoxyanat ở đầu cuối của phân tử. Sau đó, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat thu được như vậy được cho phản ứng với phần còn lại của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính (ưu tiên là, polyol trọng lượng phân tử thấp và/hoặc thành phần polyamin) để tiến hành phản ứng hóa rắn. Trong quy trình tiền chất polyme, phần còn lại của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được sử dụng là chất kéo dài mạch.

Tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được tổng hợp theo cách dưới đây. Thành phần polyisoxyanat và một phần của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được điều chế (được trộn) sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/thành phần hợp chất hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong một phần của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 1,1 tới 20, ưu tiên là từ 1,3 đến 10, hoặc ưu tiên hơn là từ 1,3 đến 6, và hỗn hợp được cho phản ứng trong bình phản ứng ở nhiệt độ là, chẳng hạn, từ nhiệt độ trong phòng đến 150°C, hoặc ưu tiên là từ 50 đến 120°C, chẳng hạn, trong thời gian từ 0,5 đến 18 giờ, hoặc ưu tiên là trong thời gian từ 2 đến 10 giờ. Trong phản ứng này, chất xúc tác uretan hóa được nêu ở trên có thể tùy ý được bổ sung, và sau khi hoàn thành phản ứng, thành phần polyisoxyanat chưa được phản ứng có thể tùy ý được loại bỏ khỏi sản phẩm thu được bằng biện pháp loại bỏ đã biết như là chưng cất hoặc chiết.

Tiếp theo, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat thu được như

vậy và phần còn lại của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được cho phản ứng theo cách dưới đây. Tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat và phần còn lại của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được điều chế (được trộn) sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong phần còn lại của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,75 đến 1,3, hoặc ưu tiên là từ 0,8 đến 1,2, và hỗn hợp sau đó được đưa đi phản ứng hóa rắn ở nhiệt độ là, chẳng hạn, từ nhiệt độ trong phòng đến 250°C, hoặc ưu tiên là từ nhiệt độ trong phòng đến 200°C, chẳng hạn, trong thời gian từ 5 phút đến 72 giờ, hoặc ưu tiên là trong thời gian từ 1 tới 24 giờ.

Trong phản ứng hóa rắn, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat và/hoặc phần còn lại của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính ưu tiên là được làm ấm để tạo ra độ nhớt thấp và sau đó được trộn. Sau đó, hỗn hợp tùy ý được khử bọt và sau đó được phun vào khuôn đúc được gia nhiệt trước.

Sau khi hỗn hợp được phun vào khuôn đúc và được đưa đi phản ứng, sản phẩm được tháo khỏi khuôn đúc, sao cho nhựa polyuretan tạo thành hình dạng mong muốn có thể được sản xuất. Sau khi tháo khuôn đúc, nhựa polyuretan có thể tùy ý được già hóa ở nhiệt độ trong phòng trong khoảng 7 ngày.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome, thêm nữa, các chất phụ gia đã biết như là chất dẻo hóa, tác nhân chống đóng khối, chất làm ổn định chịu nhiệt, chất làm ổn định chịu ánh sáng, chất hấp thụ tia tử ngoại, tác nhân ngăn chặn hóa vàng NOx, chất chống oxy hóa, tác nhân tháo, và chất xúc tác; thêm nữa, chất màu, thuốc nhuộm, chất bôi trơn, chất độn, và chất ức chế sự thủy phân có thể tùy ý được phối trộn ở tỷ lệ thích hợp. Các chất phụ gia này có thể được bổ sung ở thời điểm tổng hợp các thành phần, hoặc có thể được bổ sung ở thời điểm trộn và hòa tan các thành phần, hoặc có thể được bổ sung sau khi tổng hợp.

Các ví dụ về chất làm ổn định chịu ánh sáng bao gồm các hợp chất amin không tự do (cụ thể, Tinuvin 765, Tinuvin 770, Tinuvin 622LD, tất cả được sản

xuất bởi BASF, cụ thể, Adeka Stab LA-52, Adeka Stab LA-57, Adeka Stab LA-63P, Adeka Stab LA-68, Adeka Stab LA-72, Adeka Stab LA-82, Adeka Stab LA-87, tất cả được sản xuất bởi ADEKA). Các chất làm ổn định chịu ánh sáng có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Các ví dụ về chất hấp thụ tia tử ngoại bao gồm các hợp chất benzotriazol (cụ thể, Tinuvin 571, Tinuvin 213, Tinuvin 234, Tinuvin P (tất cả được sản xuất bởi BASF)), và các hợp chất gốc formamidin (cụ thể, Zikasorb R, Zikasorb BS, ZIKA-FA02, ZIKA-FUA, ZIKA-FUV, ZIKA-UVS3, ZIKA-UVS4 (tất cả được sản xuất bởi ZIKO)). Các chất hấp thụ tia tử ngoại này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Các ví dụ về tác nhân ngăn chặn hóa vàng NOx bao gồm 1,6-hexametylenbis(N,N-dimetyldimetyl semicarbazit), 1,1,1',1'-tetrametyl-4,4'-(metylen-di-p-phenylen) disemicarbazit, và tri-(hexametylen-N,N-dimetyl semicarbazit). Cụ thể, HN-130, HN-150, và HN-300 (tất cả được sản xuất bởi Japan Finechem Inc.) có thể được sử dụng. Các tác nhân ngăn chặn hóa vàng Nox này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Nhựa polyuretan được sản xuất như vậy là các elastome có vẻ bề ngoài, các đặc tính cơ học (độ giãn dài, cường độ), và độ bền tuyệt vời. Do đó, nhựa polyuretan được sản xuất là các elastome có thể được sử dụng trong các lĩnh vực công nghiệp khác nhau.

Chẳng hạn, elastome uretan rắn nhiệt (TSU) có thể được sử dụng cho các ứng dụng trong các bộ phận dùng cho các máy công nghiệp khác nhau, cụ thể, các thiết bị tạo hình ảnh như là thiết bị in ấn, máy sao chụp, máy in; các bộ phận trục lăn (ví dụ, trục lăn áp lực, trục lăn cố định, trục lăn cấp giấy, v.v.) và các bộ phận dây đai (ví dụ, đai truyền động, đai chuyển tải, băng truyền, đai ép đế, v.v.) được sử dụng cho các máy sản xuất giấy; các bộ phận của bơm được sử dụng cho các máy móc công nghiệp và các sản phẩm hàng hải gồm dầu, khí, khai thác mỏ, bu lông; kẹp, vòng bịt, con lăn, bánh xe, mặt bánh xe, bánh lăn, ống rót, van, sàng lọc, bộ phận hấp thụ va chạm, ống lót, giảm xóc, ống xoắn, con lăn dạng con lăn tỳ treo, mặt, bánh xe, và hơn nữa, các bộ phận dùng cho các ứng dụng trong bùn phân đoạn dầu-nước. Hơn nữa, elastome uretan rắn

nhật (TSU) có thể cũng được sử dụng cho các ứng dụng trong bánh lắp xích, xe hai bánh, bốn bánh, mô tô, xe đạp, lốp dùng cho mô tô địa hình, nan hoa, bộ phận bao phủ mặt lốp; vật liệu bao và vật liệu lõi dùng cho bóng gôn; các dụng cụ thể thao như là bóng tennis, bóng rổ, và bóng chuyền; nắp hoặc vật liệu hấp thụ va chạm dùng cho điện thoại thông minh và máy tính bảng; các bộ phận dẫn động, các bộ phận đỡ, và các bộ phận có kim loại dùng cho robot; các bộ phận dùng trong y tế như là vật dụng chăm sóc, vật liệu che phủ, bộ phận dùng trong công nghiệp, vật liệu xây dựng dân dụng và công nghiệp, vật liệu thay thế nhựa trong suốt như là thủy tinh hoặc polycacbonat, các ứng dụng như là thấu kính đeo mắt, thấu kính rời, và đèn gắn trên đầu, gel mềm, con lăn, tấm, màng, các thành phần nguyên liệu xây lắp điện, các thành phần vật liệu xây dựng dân dụng và công nghiệp, sản xuất giấy hoặc phốt dùng trong công nghiệp, bộ phận cách âm, bộ phận chống nẩy, cảm biến, chuyển mạch, bộ phận dẫn, các thành phần chống rung, vòi, ống, phần bịt kín cơ cấu nối, phần phủ, hoặc các con lăn liên quan đến sản xuất giấy, sắt thép, máy in, sao chụp, tinh thể lỏng, PDP, EL hữu cơ, các sản phẩm bột uretan hóa học hoặc lý học, vật liệu vi tế bào, tấm quang học, màng, lưới gạt sạch, chổi cao su, và hơn nữa, vật liệu đệm đầu trục, vật liệu tự thu hồi, xe đẩy, vật liệu sàn, tàu cao tốc, tàu thủy, miếng đệm dùng cho động cơ thẳng hàng, nguyên liệu hàn, bộ đỡ, các bộ phận bên trong và bên ngoài giày, đĩa uretan, băng đệm đầu trục, cơ cấu giới hạn mô men xoắn, con lăn bóp, con lăn ép, vật liệu cách điện, vải lau, bộ làm sạch phần sao chụp, và miếng đệm.

Elastome uretan dẻo nhiệt (TPU) có thể thích hợp được sử dụng trong các lĩnh vực công nghiệp khác nhau gồm có dưới đây: ống (ví dụ, ngoài các thành phần như là ống dùng trong y tế và ống thông đường tiểu, ống như là ống dẫn không khí, ống dẫn nước, và ống bọc dây điện, và các vòi như là vòi cứu hỏa), cái đai (ví dụ, các dải như là dây đeo đồng hồ, chẳng hạn, các đai truyền động dùng cho các ô tô, các băng như là các băng tải dùng cho các ngành công nghiệp khác nhau (băng truyền)), hơn nữa, các sản phẩm công nghiệp như là phần đệm, ống bọc cáp, gia cố dây, cáp viễn thông, dây điện dùng trong ô tô, dây điện dùng cho máy tính, và bộ dây xoắn, các sản phẩm chăm sóc như là các tấm và các màng, các vật dụng thể thao, các vật dụng giải trí, các sản phẩm tạp

hóa, các vật liệu chống rung và chống động đất, vật liệu hấp thụ va chạm, các vật liệu quang học, các màng dùng làm màng dẫn sáng, hộp điều khiển, các bộ phận ô tô là các tấm trang bị và các tấm cửa, các tấm bảo vệ bề mặt, tấm trang trí, các tấm di chuyển, các bộ phận dạng băng như là băng bảo vệ chất bán dẫn, đế ngoài, bóng gôn, dây vợt tennis, các màng sử dụng trong nông nghiệp, giấy dán tường, tác nhân chống mờ sương, tơ sợi, sợi, vải không dệt, các vật liệu bọc, các màng trong suốt, các màng dán ô tô, các bộ phận của lớp dùng cho các ô tô cơ nhỏ, các chi tiết của hệ chiếu điện tử, các bộ phận sành, và các bộ phận làm bằng vật liệu quang gồm kính râm, thấu kính đeo mắt, và khung của chúng.

Tiếp theo, phần mô tả được đưa ra cho trường hợp là thấu kính được sản xuất bằng nhựa polyuretan của sáng chế.

Trong trường hợp này, nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan quang bằng phản ứng của thành phần polyisoxyanat được mô tả ở trên với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được mô tả ở trên.

Thành phần polyisoxyanat để sản xuất nhựa polyuretan quang là nhựa polyuretan của sáng chế bao gồm 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên, và ưu tiên là, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên được sử dụng đơn.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan quang, các ví dụ về thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được mô tả ở trên bao gồm thành phần polyol được mô tả ở trên và/hoặc thành phần polythiol.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, ưu tiên là, polythiol béo được mô tả ở trên (polythiol béo không chứa nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm mercapto), và các polythiol béo chứa nguyên tử lưu huỳnh ngoài nhóm mercapto được sử dụng, và ưu tiên hơn là, pentaerythritoltetrakis (3-mercaptopropionat) và 1,2-bis(2-mercaptoethylthio)-3-propan thiol được sử dụng.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan quang, thành phần polyol có chỉ số hydroxyl là, chẳng hạn, từ 280 đến 1240 mgKOH/g, ưu tiên là từ 400 đến 940 mgKOH/g, và trọng lượng phân tử trung bình theo số, và độ chức trung bình là, chẳng hạn, lớn hơn 2, ưu tiên là lớn hơn 2,5, ưu tiên hơn nữa là lớn hơn 2,8, và thông thường là nhỏ hơn 5, ưu tiên là nhỏ hơn 4,5.

Khi chỉ số hydroxyl và độ chức trung bình nằm trong khoảng này, tính chịu va đập và tính chịu nhiệt của nhựa polyuretan được sản xuất là nhựa polyuretan quang có thể được cải thiện.

Thành phần polyol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là, chẳng hạn, từ 90 đến 1000, ưu tiên là từ 100 đến 800.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, nếu cần, chẳng hạn, polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên, thành phần polythiol (ngoại trừ polythiol béo), thành phần polyamin, và monol và/hoặc monoamin có thể được phối trộn ở tỷ lệ thích hợp.

Thành phần polyisoxyanat có thể cho phép phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính thích hợp với phương pháp đúc polyuretan đã biết, như là quy trình một công đoạn được mô tả ở trên (quy trình một công đoạn được sử dụng để sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là các elastome), và quy trình tiền chất polyme được mô tả ở trên (quy trình tiền chất polyme được sử dụng để sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là các elastome).

Khi quy trình một công đoạn được sử dụng, thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được điều chế (được trộn) sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính (nhóm hydroxyl, nhóm mercaptol, nhóm amino) trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,5 đến 2,0, ưu tiên là từ 0,75 đến 1,25, và sau đó, hỗn hợp được phun vào khuôn đúc và được đưa đi phản ứng hóa rắn ở, chẳng hạn, từ nhiệt độ trong phòng đến 180°C, ưu tiên là từ nhiệt độ trong phòng đến 150°C, chẳng hạn, trong thời gian từ 10 phút đến 72 giờ, ưu tiên là từ 4 đến 24 giờ.

Khi quy trình tiền chất polyme được sử dụng, đầu tiên, thành phần polyisoxyanat và một phần của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được điều chế (được trộn) sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong một phần của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 1,1 đến 20, hoặc ưu tiên là từ 1,5 đến 10, và hỗn hợp

được cho phản ứng trong bình phản ứng ở nhiệt độ là, chẳng hạn, từ nhiệt độ trong phòng đến 150°C, hoặc ưu tiên là từ 50 đến 120°C, chẳng hạn, trong thời gian từ 0,5 đến 18 giờ, hoặc ưu tiên là trong thời gian từ 2 đến 10 giờ, sao cho tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được sản xuất.

Tiếp theo, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat thu được như vậy và phần còn lại của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được cho phản ứng theo cách dưới đây. Tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat và phần còn lại của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được điều chế (được trộn) sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong phần còn lại của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,5 đến 2,0, hoặc ưu tiên là từ 0,75 đến 1,25. Hỗn hợp sau đó được phun vào khuôn đúc, và phản ứng hóa rắn được thực hiện ở nhiệt độ là, chẳng hạn, từ nhiệt độ trong phòng đến 180°C, hoặc ưu tiên là từ nhiệt độ trong phòng đến 150°C, chẳng hạn, trong thời gian từ 5 phút đến 72 giờ, hoặc ưu tiên là trong thời gian từ 1 đến 24 giờ.

Khi nhựa polyuretan (nhựa polyuretan quang) thu được như vậy được sử dụng để làm phân cực các thấu kính hoặc tương tự, chẳng hạn, đúc chèn có thể cũng được thực hiện trong phương pháp đúc được nêu ở trên, cụ thể là, sau khi làm phân cực màng hoặc tương tự được thiết lập sơ bộ trong khuôn đúc, vật liệu thô được trộn (thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính) được phun trong đó.

Đồng thời, khi nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan quang, thêm nữa, các chất phụ gia đã biết như là tác nhân tháo bên trong, tác nhân hóa xanh, chất dẻo hóa, tác nhân chống tạo bọt, tác nhân làm đều, tác nhân làm mờ, chất chống lửa, tác nhân sol-gel thuận nghịch, chất tắc độ dính, tác nhân làm đặc, chất bôi trơn, tác nhân chống tĩnh điện, chất hoạt động bề mặt, chất làm chậm phản ứng, chất khử nước, chất chống oxy hóa, chất hấp thụ tia tử ngoại, chất ức chế sự thủy phân, hoặc chất làm ổn định chịu thời tiết có thể tùy ý được phối trộn ở tỷ lệ thích hợp.

Chẳng hạn, trong trường hợp phối trộn tác nhân tháo bên trong, trong phương pháp đúc được nêu ở trên, tác nhân tháo bên trong ưu tiên là được làm ẩm được phối trộn vào vật liệu thô được trộn (thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính), hoặc khi vật liệu thô được trộn được phun vào khuôn đúc, ở tỷ lệ, chẳng hạn, 0,01 tới 10 phần khối lượng, hoặc ưu tiên là từ 0,1 tới 5 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của tổng lượng thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Các ví dụ về tác nhân tháo bên trong bao gồm tác nhân tháo gốc este phosphoric, tác nhân tháo gốc alkyl phosphat, và tác nhân tháo gốc este axit béo. Trong số chúng, tác nhân tháo gốc este phosphoric là được ưu tiên. Việc phối trộn tác nhân tháo bên trong có thể tạo ra nhựa polyuretan có khả năng tạo thuận lợi cho việc tháo khuôn.

Nhựa polyuretan như vậy được sản xuất là nhựa polyuretan quang có vẻ bề ngoài (trong suốt) tuyệt vời và độ khúc xạ, đặc tính cơ học (độ bền kéo), và độ bền tuyệt vời.

Do đó, nhựa polyuretan (nhựa polyuretan quang) đáp ứng mức đặc trưng quang thực tế và có các đặc tính cơ học tuyệt vời như là tính chịu nhiệt và tính chịu va đập, sao cho nhựa polyuretan (nhựa polyuretan quang) có thể thích hợp được sử dụng cho các thấu kính quang học như là các thấu kính trong suốt, các thấu kính kính râm, các thấu kính phân cực, thấu kính đeo mắt, thấu kính camera, thấu kính lắp rời, thấu kính áp tròng; các vật liệu quang học như là bảng đèn lắp trên xe, thấu kính đèn trước, chụp đèn chiếu sáng trước và sau, phần tử quang học, đĩa quang, EL hữu cơ, và LED; và các thành phần quang học như là phát sáng gồm có biển quảng cáo, sợi quang, vật liệu thay thế thủy tinh, màng trung gian dùng cho thủy tinh cán mỏng, tấm chắn gió dùng cho máy bay, thành bể nước có kích thước lớn, vật liệu làm trần trong suốt, vật liệu treo, bộ phận trong suốt dùng cho đồ vật tiện ích, các kính bảo vệ, mũ xe, các tấm bảo vệ, các bộ phận an toàn của ô tô, các thành phần phát sáng, điện thoại thông minh, và máy tính bảng.

Tiếp theo, trường hợp sản xuất màng, da nhân tạo, da tổng hợp, hoặc

tương tự là nhựa polyuretan của sáng chế sẽ được giải thích.

Trong trường hợp này, nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan chứa nước (thể phân tán chứa nước của nhựa polyuretan) bằng phản ứng của thành phần polyisoxyanat được mô tả ở trên với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được mô tả ở trên.

Đối với phương pháp sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan chứa nước, quy trình tiền chất polyme được nêu ở trên (quy trình tiền chất polyme được sử dụng để sản xuất nhựa polyuretan của các elastome của sáng chế) được sử dụng.

Cụ thể hơn là, nhựa polyuretan được sản xuất là nhựa polyuretan chứa nước theo cách dưới đây. Chẳng hạn, đầu tiên, thành phần isoxyanat được nêu ở trên và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được cho phản ứng ở tỷ lệ mà tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần isoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính vượt quá 1, sao cho tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được sản xuất.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan chứa nước, các ví dụ về thành phần polyisoxyanat bao gồm 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên, và ưu tiên là, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên được sử dụng đơn.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan chứa nước, các ví dụ về thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính bao gồm thành phần polyol được mô tả ở trên.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, ưu tiên là polyol trọng lượng phân tử cao, ưu tiên hơn là, polyeste polyol, polyete polyol, và polycarbonat polyol được sử dụng.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan chứa nước, polyol trọng lượng phân tử cao có chỉ số hydroxyl là, chẳng hạn, 10 đến 125 mgKOH/g, và trọng lượng phân tử trung bình theo số là, chẳng hạn, 400

đến 5000, ưu tiên là 1000 đến 3000, ưu tiên hơn nữa là 1000 đến 2500.

Khi sản xuất nhựa polyuretan là nhựa polyuretan chứa nước, thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính gồm có thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước (dưới đây được gọi là hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước).

Hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước là hợp chất có ít nhất một nhóm hút nước và hai hoặc nhiều nhóm hydro hoạt tính đồng thời, và các ví dụ về nhóm hút nước bao gồm nhóm anion, nhóm cation, và nhóm không phân ly. Các ví dụ về nhóm hydro hoạt tính bao gồm các nhóm này phản ứng với các nhóm isoxyanat, như là nhóm hydroxyl, nhóm amino, nhóm carboxyl, và nhóm epoxy. Các ví dụ về hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước bao gồm, cụ thể hơn là, hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm axit carboxylic, hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm axit sulfonic, hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hydroxyl, axit đa chức chứa nhóm hút nước, và hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm polyoxyetylen.

Các ví dụ về hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm axit carboxylic bao gồm các axit dihydroxylcarboxylic như là 2,2-dimetylolaxit axetic, 2,2-dimetylolaxit lactic, 2,2-dimetylolaxit propionic (dưới đây được gọi là DMPA), axit 2,2-dimetylolbutanoic (dưới đây được gọi là DMBA), axit 2,2-dimetylolbutyric, và axit 2,2-dimetylolvaleric; và axit diaminocarboxylic như là lysin và arginin, hoặc các muối kim loại hoặc các muối amoni của chúng. Trong số chúng, axit 2,2-dimetylolaxit propionic (DMPA) và 2,2-dimetylolbutanoic (DMBA) là được ưu tiên.

Các ví dụ về hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm axit sulfonic bao gồm dihydroxybutan axit sulfonic và dihydroxypropan axit sulfonic thu được từ phản ứng tổng hợp giữa hợp chất chứa nhóm epoxy và axit sulfit. Các ví dụ cũng bao gồm axit N,N-bis(2-hydroxyetyl)-2-aminoetansulfonic, axit N,N-bis(2-hydroxyetyl)-2-aminobutansulfonic, axit 1,3-phenylendiamin-4,6-disulfonic, axit diaminobutansulfonic, axit diaminopropansulfonic, axit 3,6-diamino-2-toluensulfonic, axit 2,4-diamino-5-toluensulfonic, axit N-(2-aminoetyl)-2-aminoetansulfonic, axit 2-aminoetansulfonic, axit N-(2-aminoetyl)-2-

aminobutansulfonic, và các muối kim loại và các muối amoni của các axit sulfonic này.

Các ví dụ về hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hydroxyl bao gồm N-(2-aminoethyl) etanolamin.

Các ví dụ về axit đa chức chứa nhóm hút nước bao gồm axit đa chức chứa axit sulfonic, cụ thể hơn là, axit 5-sulfoisophtalic, axit sulfoterephthalic, axit 4-sulfophtalic, axit 5-(p-sulfophenoxy) isophtalic, axit 5-(sulfopropoxy) isophtalic, axit 4-sulfonaphthalen-2,7-dicarboxylic, axit sulfopropylmalonic, axit sulfosucxinic, axit 2-sulfobenzoic, axit 2,3-sulfobenzoic, axit 5-sulfosalixylic, alkyl este của các axit carboxylic này, và các muối kim loại và các muối amoni của các axit sulfonic này. Ưu tiên là, các muối natri của axit 5-sulfoisophtalic, hoặc các muối natri của este axit 5-sulfoisophtalic dimetyl được sử dụng.

Hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm polyoxyetylen là hợp chất chứa nhóm polyoxyetylen trong mạch chính của nó hoặc mạch bên của nó và có hai hoặc nhiều nhóm hydro hoạt tính.

Đối với hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm polyoxyetylen, chẳng hạn, polyetylen glycol (ví dụ, trọng lượng phân tử trung bình theo số 200 đến 6000, ưu tiên là 300 đến 3000), hoặc polyol chứa mạch bên polyoxyetylen được sử dụng.

Polyol chứa mạch bên polyoxyetylen chứa nhóm polyoxyetylen trong mạch bên của nó, và là hợp chất có hai hoặc nhiều nhóm hydro hoạt tính. Polyol chứa mạch bên polyoxyetylen có thể được tổng hợp theo cách dưới đây.

Cụ thể là, đầu tiên, phản ứng tạo uretan được thực hiện bằng cách trộn diisoxyanat đã biết và polyoxyetylen glycol được chụp một đầu (ví dụ, alkoxy etylen glycol mà đầu cuối được chụp bằng nhóm alkyl có 1 tới 4 nguyên tử cacbon, có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 200 đến 6000, hoặc ưu tiên là 300 đến 3000) ở tỷ lệ mà lượng của nhóm isoxyanat trong diisoxyanat vượt quá lượng của nhóm hydroxyl trong polyoxyetylen glycol được chụp một đầu, và, nếu cần, diisoxyanat chưa phản ứng được loại bỏ khỏi hỗn hợp, nhờ đó thu

được monoisoxyanat chứa mạch polyoxyetylen.

Sau đó, monoisoxyanat chứa mạch polyoxyetylen và dialkanolamin (ví dụ, dietanol amin, v.v.) được đưa đi phản ứng tạo ure ở such tỷ lệ mà nhóm isoxyanat của monoisoxyanat chứa nhóm polyoxyetylen về cơ bản là bằng nhóm amino bậc hai của dialkanolamin.

Đối với diisoxyanat được sử dụng để thu được polyol chứa mạch bên polyoxyetylen, các diisoxyanat béo như là pentametylendiisoxyanat, hexametylen diisoxyanat (HDI); và vòng các diisoxyanat béo như là 1,4- hoặc 1,3-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan (H_6XDI), 3-isoxyanatometyl-3,5,5-trimetyl xyclohexylisoxyanat (cũng được biết là isophorone diisoxyanat (IPDI)), 4,4'-metylen bis(xyclohexylisoxyanat) ($H_{12}MDI$) và 2,5-/2,6-bis(isoxyanatometyl)norbornan (NBDI) được ưu tiên. HDI là được ưu tiên hơn.

Khi hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm polyoxyetylen được phối trộn, hàm lượng của nhóm polyoxyetylen trong nhựa polyuretan (hàm lượng chất rắn) là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,9 đến 30% theo khối lượng, ưu tiên là từ 2 đến 20% theo khối lượng, hoặc ưu tiên hơn là từ 2 tới 10% theo khối lượng.

Nồng độ của nhóm polyoxyetylen trong nhựa polyuretan hoặc tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat có thể được xác định, chẳng hạn, bằng phương pháp NMR sử dụng chất nội chuẩn hoặc tương tự.

Các hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại. Trong số chúng, hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm axit carboxylic và hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm polyoxyetylen là được ưu tiên.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, chẳng hạn, polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên, thành phần polythiol, thành phần polyamin, monol và/hoặc monoamin có thể được phối trộn ở tỷ lệ thích hợp.

Tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được sản xuất, chẳng hạn, bằng cách cho thành phần polyisoxyanat được nêu ở trên và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được nêu ở trên (chứa polyol trọng lượng phân tử cao và hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước) phản ứng bằng phương

pháp polyme hóa đã biết như là polyme hóa khối (polyme hóa khối được thực hiện khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome) hoặc polyme hóa dung dịch (polyme hóa dung dịch được thực hiện khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome).

Sau đó, các thành phần được nêu ở trên được lập công thức (được trộn) sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính (chứa hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước) là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 1,1 đến 2,5, ưu tiên là từ 1,2 đến 2,3, hoặc ưu tiên hơn là từ 1,2 đến 2,0. Khi tỷ lệ đương lượng của nhóm isoxyanat nằm trong khoảng này, nhựa polyuretan có thể có tính ổn định phân tán được cải thiện. Do đó, việc sử dụng nhựa polyuretan này có thể tạo ra màng, da nhân tạo, và da tổng hợp có vẻ bề ngoài tuyệt vời.

Khi polyme hóa khối được sử dụng, chẳng hạn, khi thành phần polyisoxyanat được khuấy trong luồng nitơ, polyol trọng lượng phân tử cao và hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước được bổ sung vào đó, và hỗn hợp được cho phản ứng ở nhiệt độ phản ứng là từ 50 đến 130°C hoặc ưu tiên là từ 50 đến 80°C trong thời gian khoảng từ 3 đến 15 giờ.

Khi polyme hóa dung dịch được sử dụng, thành phần polyisoxyanat, polyol trọng lượng phân tử cao, và hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước được bổ sung vào dung môi hữu cơ, và hỗn hợp được cho phản ứng ở nhiệt độ phản ứng là từ 50 đến 120°C, hoặc ưu tiên là từ 50 đến 80°C trong thời gian khoảng từ 3 tới 15 giờ.

Trong phản ứng polyme hóa được nêu ở trên, khi hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước được chứa trong mạch phân tử của polyol trọng lượng phân tử cao, polyol trọng lượng phân tử cao và thành phần polyisoxyanat được nêu ở trên được cho phép phản ứng, sao cho tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat có thể được sản xuất.

Chẳng hạn, khi tổng hợp polyeste polyol được nêu ở trên, phối trộn hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước được nêu ở trên là polyol trọng lượng

phân tử thấp cho phép hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước được chứa trong mạch phân tử của polyol trọng lượng phân tử cao.

Theo cách khác, chẳng hạn, khi tổng hợp polyeste polyol được nêu ở trên, phối trộn axit đa chức chứa nhóm hút nước là axit đa chức cũng cho phép hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước được chứa trong mạch phân tử của polyol trọng lượng phân tử cao.

Theo cách khác nữa, chẳng hạn, khi tổng hợp polyeste polyol, polyete polyol, polycacbonat polyol, và epoxy polyol thu được bằng cách polyme hóa mở vòng, phối trộn hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước được nêu ở trên làm chất khơi mào hoặc thành phần copolyme hóa cũng cho phép hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước được chứa trong mạch phân tử của polyol trọng lượng phân tử cao.

Theo cách khác nữa là, chẳng hạn, phản ứng giữa hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước và polyol trọng lượng phân tử cao như là polyete polyol (ưu tiên là, polytetrametylen ete glycol) cũng cho phép hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước được chứa trong mạch phân tử của polyol trọng lượng phân tử cao.

Khi nhóm anion hoặc nhóm cation được chứa là nhóm hút nước trong tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat thu được như vậy, tác nhân trung hòa ưu tiên là được bổ sung vào đó để tạo ra muối của nhóm anion hoặc nhóm cation.

Khi, chẳng hạn, nhóm anion được chứa, các ví dụ về tác nhân trung hòa bao gồm các bazơ thông thường như là các bazơ hữu cơ [ví dụ, các amin bậc ba (các tri C1-4 alkylamin như là trimetylamin và trietylamin; các alkanolamin như là dimetyletanolamin, metyldietanolamin, trietanolamin, và tri-isopropanolamin; và các amin dị vòng như là morpholin)], và các bazơ vô cơ [amoniac, hydroxyt kim loại kiềm (như là lithi hydroxyt, natri hydroxyt, và kali hydroxyt), hydroxyt kim loại kiềm thổ (như là magie hydroxyt và canxi hydroxyt), và cacbonat kim loại kiềm (như là natri cacbonat và kali cacbonat)]. Các bazơ này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Tác nhân trung hòa được bổ sung ở tỷ lệ, chẳng hạn, 0,4 đến 1,2 đương lượng, hoặc ưu tiên là 0,6 đến 1 đương lượng, trên mỗi 1 đương lượng của nhóm anion.

Tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat thu được như vậy là tiền chất polyme polyuretan có hai hoặc nhiều nhóm isoxyanat tự do ở đầu cuối của phân tử, và hàm lượng của nhóm isoxyanat (hàm lượng nhóm isoxyanat) là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 0,3 đến 10% theo khối lượng, ưu tiên là 0,5 đến 6% theo khối lượng, hoặc ưu tiên hơn là 1,0 đến 5,0% theo khối lượng. Độ chức trung bình của nhóm isoxyanat là, chẳng hạn, 1,5 đến 3,0, hoặc ưu tiên là 1,9 đến 2,5, và trọng lượng phân tử trung bình theo số (trọng lượng phân tử trung bình theo số được xác định bởi GPC sử dụng đường cong định cỡ chuẩn polystyren) của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat là, chẳng hạn, 1000 đến 30000, hoặc ưu tiên là 1500 đến 20000. Thêm nữa, nồng độ nhóm hút nước của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat là chẳng hạn, từ 0,1 tới 1,0mmol/g, ưu tiên là 0,2 đến 0,7mmol/g, hoặc ưu tiên hơn là 0,2 đến 0,6mmol/g.

Để tạo ra nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan chứa nước, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat thu được ở trên và chất kéo dài mạch tiếp tục được cho phản ứng trong nước để phân tán chúng. Việc này có thể tạo ra nhựa polyuretan có mạch tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được kéo dài bởi chất kéo dài mạch, là nhựa polyuretan chứa nước.

Các ví dụ về chất kéo dài mạch bao gồm các polyol trọng lượng phân tử thấp như là các rượu hai nhóm hydroxy được nêu ở trên và các rượu ba nhóm hydroxy được nêu ở trên; và các thành phần polyamin như là các polyamin vòng béo được nêu ở trên và các polyamin được nêu ở trên béo.

Thêm nữa, các ví dụ về chất kéo dài mạch bao gồm thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính chứa nhóm alkoxysilyl. Thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính chứa nhóm alkoxysilyl là hợp chất có cả nhóm alkoxysilyl và nhóm hydro hoạt tính.

Trong nhóm alkoxysilyl, các ví dụ về nhóm alkoxy được liên kết với

nguyên tử Si bao gồm nhóm alkoxy có 1 tới 4 nguyên tử cacbon, như là nhóm metoxy, nhóm etoxy, nhóm propoxy, nhóm butoxy, nhóm isopropoxy, và nhóm isobutoxy. Trong số chúng, nhóm metoxy và nhóm etoxy là được ưu tiên. Số lượng nhóm alkoxy ở trên liên kết với nguyên tử Si thường là 1 tới 3, hoặc ưu tiên là 1 tới 2.

Các ví dụ về nhóm hydro hoạt tính bao gồm nhóm hydroxyl, nhóm mercaptol, và nhóm amin. Trong số chúng, nhóm amino là được ưu tiên.

Cụ thể hơn là, các ví dụ về thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính chứa nhóm alkoxysilyl bao gồm N- β -(aminoethyl)- γ -aminopropylmetyl dimetoxysilan, N- β -(aminoethyl)- γ -aminopropyl trimetoxysilan, γ -(2-aminoethyl)aminopropyl trietoxysilan, γ -(2-aminoethyl)aminopropyl dimetoxysilan, γ -(2-aminoethyl)aminopropyl dietoxysilan, γ -aminopropyl trimetoxysilan, γ -aminopropyl trietoxysilan, γ -aminopropyl dimetoxysilan, γ -aminopropyl dietoxysilane và N,N'-bis[(a-(trimetoxysilyl)propyl)]etylendiamin.

Đương lượng của nhóm hydro hoạt tính được chứa trong chất kéo dài mạch ưu tiên là 250 đến 800 mg KOH/g, hoặc ưu tiên hơn là 350 đến 600 mg KOH/g. Khi đương lượng của nhóm hydro hoạt tính nằm trong khoảng này, nhựa polyuretan (nhựa polyuretan chứa nước) có độ bền tuyệt vời có thể được sản xuất.

Các chất kéo dài mạch này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Để sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan chứa nước, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat thu được ở trên và chất kéo dài mạch được cho phản ứng trong nước để phân tán chúng. Việc này có thể tạo ra nhựa polyuretan có mạch tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được kéo dài bởi chất kéo dài mạch, thể phân tán chứa nước (thể phân tán chứa nước của nhựa polyuretan).

Để làm cho tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat phản ứng với chất kéo dài mạch trong nước, chẳng hạn, đầu tiên, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được bổ sung vào nước, nhờ đó phân tán tiền chất

polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat. Sau đó, chất kéo dài mạch được bổ sung vào đó, nhờ đó làm cho các mạch của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat kéo dài.

Tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được phân tán bằng cách bổ sung dần dần tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat vào nước có khuấy. Nước được bổ sung ở tỷ lệ ưu tiên là 60 đến 1000 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat.

Sau đó, chất kéo dài mạch được bổ sung vào tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat như vậy được phân tán trong nước có khuấy sao cho tỷ lệ đương lượng (nhóm hydro hoạt tính/NCO) của nhóm hydro hoạt tính trong chất kéo dài mạch tính theo nhóm isoxyanat trong tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat về cơ bản là bằng, chẳng hạn, nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,1, hoặc ưu tiên là từ 0,7 đến 1.

Trong trường hợp sử dụng thành phần polyamin (diamin) là chất kéo dài mạch, nhóm amino của chúng có khả năng phản ứng cao với nhóm isoxyanat của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat và liên kết ure được tạo ra bởi phản ứng có lực cố kết nội phân tử rất cao, sao cho cần tối thiểu hóa phản ứng cục bộ giữa chất kéo dài mạch và isoxyanat monome. Do đó, chất kéo dài mạch ưu tiên là được phối trộn là dung dịch nước. Nồng độ của diamin trong dung dịch nước ưu tiên là ít nhất 20% theo khối lượng, hoặc ưu tiên hơn là ít nhất 50% theo khối lượng. Chất kéo dài mạch được bổ sung ưu tiên là ở nhiệt độ là 40°C hoặc thấp hơn, và sau khi hoàn thành bổ sung, hỗn hợp được khuấy thêm để hoàn thành phản ứng ở nhiệt độ trong phòng, chẳng hạn.

Khi tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được sản xuất by polyme hóa dung dịch, sau khi hoàn thành phản ứng của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat, dung môi hữu cơ được loại bỏ, chẳng hạn, bằng cách gia nhiệt dung môi hữu cơ ở nhiệt độ thích hợp ở áp suất giảm.

Khi hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước không được sử dụng là thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, tức là, khi nhựa polyuretan không

được nhũ hóa nội tại trong suốt quá trình sản xuất chúng là nhựa polyuretan chứa nước, chẳng hạn, nhũ hóa nội tại (nhũ hóa đảo pha hoặc nhũ hóa cứng bức) được thực hiện sử dụng chất nhũ hóa nội tại, chẳng hạn, chất hoạt động bề mặt không phân ly như là polyoxyetylen alkyl ete, hoặc chất hoạt động bề mặt anion như là natri polyoxyetylen alkyl ete sulfat, nhờ đó nhựa polyuretan chứa nước kiểu nhũ hóa nội tại (thể phân tán chứa nước của nhựa polyuretan) có thể được sản xuất.

Nhựa polyuretan chứa nước (thể phân tán chứa nước của nhựa polyuretan) thu được như vậy được điều chế để có hàm lượng chất rắn là, chẳng hạn, 20 đến 50% theo khối lượng.

Nhựa polyuretan có trọng lượng phân tử trung bình theo số (trọng lượng phân tử trung bình theo số được xác định bởi GPC sử dụng đường cong định cỡ chuẩn polystyren) là, chẳng hạn, 3000 đến 100000, hoặc ưu tiên là 5000 đến 80000. Đối với nhựa polyuretan chứa nước (hàm lượng chất rắn), tỷ lệ được nạp của nhóm uretan tính theo nhóm ure là nằm trong khoảng, chẳng hạn, ưu tiên là 0,05 đến 1,2, hoặc ưu tiên hơn là từ 0,1 đến 0,8.

Đồng thời, khi nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan chứa nước, thêm nữa, các chất phụ gia đã biết như là chất dẻo hóa, tác nhân chống đóng khối, chất làm ổn định chịu nhiệt, chất làm ổn định chịu ánh sáng, chất chống oxy hóa, tác nhân tháo, và chất xúc tác; hoặc thêm nữa, chất màu, thuốc nhuộm, chất bôi trơn, chất độn, và chất ức chế sự thủy phân có thể tùy ý được phối trộn ở tỷ lệ thích hợp.

Khi nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan chứa nước được tạo thành màng, màng có vẻ bề ngoài tuyệt vời, các đặc tính cơ học (độ giãn dài, cường độ), và độ bền có thể được sản xuất.

Do đó, màng có thể thích hợp được sử dụng cho da nhân tạo hoặc da tổng hợp mf có ưu điểm là các đặc tính được nêu ở trên.

Màng có thể được tạo ra bằng cách phủ nhựa polyuretan chứa nước lên nền bằng phương pháp phủ đã biết như là phủ có hoa văn, phủ đảo ngược, phủ lăn, phủ thanh, phủ phun, phủ dao không khí, và nhúng, và sau đó, gia nhiệt nền

được phủ để làm khô.

Khi được sử dụng trong sản xuất da nhân tạo và da tổng hợp, nhựa polyuretan của sáng chế có thể được sử dụng, chẳng hạn, là nguyên liệu cho quy trình ướt hoặc quy trình khô.

Nhựa polyuretan chứa nước không giới hạn ở màng, và da nhân tạo hoặc da tổng hợp như được nêu ở trên, và có thể được sử dụng cho các ứng dụng khác nhau như là ô tô, đồ điện tử, quần áo, vật liệu dùng trong y tế, vật liệu xây dựng, các loại sơn, và các loại chất dính.

Khi màng, da nhân tạo, và da tổng hợp được sản xuất, ngoài sản xuất nhựa polyuretan là nhựa polyuretan chứa nước được mô tả ở trên (thể phân tán nước của nhựa polyuretan), chẳng hạn, nhựa polyuretan có thể được sản xuất là dung dịch nhựa polyuretan (dung dịch dung môi hữu cơ của nhựa polyuretan).

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là dung dịch nhựa polyuretan, thành phần polyisoxyanat gồm có 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên, và ưu tiên là, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên được sử dụng đơn.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là dung dịch nhựa polyuretan, các ví dụ về thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính bao gồm thành phần polyol được mô tả ở trên.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, ưu tiên là, polyol trọng lượng phân tử cao, ưu tiên hơn là, polyeste polyol, polyete polyol, và polycacbonat polyol được sử dụng.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là dung dịch nhựa polyuretan, polyol trọng lượng phân tử cao có chỉ số hydroxyl là, chẳng hạn, 10 đến 125 mgKOH/g, và trọng lượng phân tử trung bình theo số là, chẳng hạn, 400 đến 5000, ưu tiên là 1000 đến 3000, ưu tiên hơn nữa là 1000 đến 2500.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là dung dịch nhựa polyuretan, quy trình tiền chất polyme được mô tả ở trên (quy trình tiền chất polyme được sử dụng để sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là các elastome) và quy trình một công đoạn được sử dụng.

Cụ thể hơn là, nhựa polyuretan được sản xuất là dung dịch nhựa polyuretan bởi quy trình tiền chất polyme theo cách dưới đây. Chẳng hạn, đầu tiên, thành phần isoxyanat được mô tả ở trên và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được cho phản ứng ở tỷ lệ mà tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần isoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính vượt quá 1, sao cho tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được sản xuất.

Tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được sản xuất, chẳng hạn, bằng cách cho phép thành phần polyisoxyanat được nêu ở trên và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được nêu ở trên phản ứng bằng phương pháp polyme hóa đã biết như là polyme hóa khối (polyme hóa khối được thực hiện khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome) hoặc polyme hóa dung dịch (polyme hóa dung dịch được thực hiện khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome).

Sau đó, các thành phần được nêu ở trên được lập công thức (được trộn) sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 1,1 đến 5, ưu tiên là 1,2 đến 3, ưu tiên hơn nữa là 1,2 đến 2,5. Khi tỷ lệ đương lượng của nhóm isoxyanat nằm trong khoảng này, nhựa polyuretan có thể có tính ổn định hòa tan được cải thiện. Do đó, việc sử dụng nhựa polyuretan này có thể tạo ra màng, da nhân tạo, và da tổng hợp có vẻ bề ngoài tuyệt vời.

Khi polyme hóa khối được sử dụng, chẳng hạn, trong khi thành phần polyisoxyanat được khuấy trong luồng nitơ, polyol trọng lượng phân tử cao được bổ sung vào đó, và hỗn hợp được cho phản ứng ở nhiệt độ phản ứng 50 đến 130°C, hoặc ưu tiên là 50 đến 80°C trong khoảng 3 tới 15 giờ.

Khi polyme hóa dung dịch được sử dụng, thành phần polyisoxyanat, và polyol trọng lượng phân tử cao được bổ sung vào dung môi hữu cơ, và hỗn hợp được cho phản ứng ở nhiệt độ phản ứng 50 đến 120°C, hoặc ưu tiên là 50 đến 80°C trong khoảng 3 tới 15 giờ.

Tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat thu được như vậy là tiền chất polyme polyuretan có hai hoặc nhiều nhóm isoxyanat tự do ở đầu cuối của phân tử, và hàm lượng của nhóm isoxyanat (hàm lượng nhóm isoxyanat) là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 0,3 đến 10% khối lượng. Độ chức trung bình của nhóm isoxyanat là, chẳng hạn, 1,5 đến 3, ưu tiên là 1,9 đến 2,5, và trọng lượng phân tử trung bình theo số (trọng lượng phân tử trung bình theo số được xác định bởi GPC sử dụng đường cong định cỡ chuẩn polystyren) của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat là, chẳng hạn, 1000 đến 30000, ưu tiên là 1500 đến 20000.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là dung dịch nhựa polyuretan, sau đó, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được sản xuất như được mô tả ở trên được cho phản ứng với chất kéo dài mạch trong dung môi hữu cơ.

Các ví dụ về chất kéo dài mạch bao gồm các polyol trọng lượng phân tử thấp như là rượu hai nhóm hydroxy được mô tả ở trên và rượu ba nhóm hydroxy, và polyamin được mô tả ở trên.

Để cho tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat phản ứng với chất kéo dài mạch trong dung môi hữu cơ, chẳng hạn, khi tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được sản xuất bằng cách polyme hóa khối, đầu tiên, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được bổ sung vào dung môi hữu cơ được mô tả ở trên (dung môi hữu cơ được sử dụng trong polyme hóa dung dịch) để hòa tan tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat.

Tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được hòa tan bằng cách bổ sung dần dần tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat vào dung môi hữu cơ có khuấy. Nước được bổ sung ở tỷ lệ ưu tiên là 60 đến 1000 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat.

Khi sản xuất tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat bằng cách polyme hóa dung dịch, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được sản xuất được hòa tan trong dung môi hữu cơ được mô tả ở trên. Nếu cần, dung môi hữu cơ có thể được phối trộn thêm, hoặc dung môi hữu cơ được loại bỏ khỏi tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat và tiếp theo sau đó, tiền

chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat có thể được hòa tan trong dung môi hữu cơ một lần nữa.

Sau đó, chất kéo dài mạch được bổ sung vào dung dịch tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được sản xuất để đưa tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat đi kéo dài mạch.

Cụ thể, chất kéo dài mạch được bổ sung vào tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được hòa tan trong dung môi hữu cơ có khuấy sao cho tỷ lệ đương lượng (nhóm hydro hoạt tính/NCO) của nhóm hydro hoạt tính trong chất kéo dài mạch tính theo nhóm isoxyanat trong tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat về cơ bản là bằng, chẳng hạn, 0,5 đến 1,1, ưu tiên là 0,7 đến 1.

Việc này có thể tạo ra nhựa polyuretan có tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat chain được kéo dài bởi chất kéo dài mạch, là dung dịch nhựa polyuretan.

Trong phản ứng tạo tiền chất polyme và phản ứng kéo dài mạch, chất xúc tác uretan hóa được mô tả ở trên có thể được sử dụng. Trong trường hợp này, chất xúc tác uretan hóa có thể được sử dụng bằng cách hòa tan chất xúc tác uretan hóa trong dung môi hữu cơ được mô tả ở trên.

Để thực hiện sản xuất bởi quy trình một công đoạn, chẳng hạn, đầu tiên, thành phần isoxyanat được mô tả ở trên và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được cho phép phản ứng với tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần isoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là 0,8 đến 1,2, ưu tiên là 0,9 đến 1,1 để sản xuất nhựa polyuretan. Nhựa polyuretan được hòa tan trong dung môi hữu cơ được mô tả ở trên sao cho dung dịch nhựa polyuretan có thể được sản xuất. Hơn nữa, thành phần isoxyanat được mô tả ở trên có thể cho phép phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính ở tỷ lệ đương lượng được mô tả ở trên trực tiếp trong dung môi hữu cơ được mô tả ở trên để tạo ra dung dịch nhựa polyuretan.

Khi sản xuất được thực hiện bởi quy trình một công đoạn, chất xúc tác uretan hóa được mô tả ở trên có thể được sử dụng. Trong trường hợp này, chất

xúc tác uretan hóa có thể được sử dụng bằng cách hòa tan chất xúc tác uretan hóa trong dung môi hữu cơ được mô tả ở trên.

Dung dịch nhựa polyuretan được sản xuất như vậy được điều chế sao cho dung dịch nhựa polyuretan có hàm lượng chất rắn là, chẳng hạn, 20 đến 50% khối lượng.

Nhựa polyuretan có trọng lượng phân tử trung bình theo số (trọng lượng phân tử trung bình theo số được xác định bởi GPC sử dụng đường cong định cỡ chuẩn polystyren) là, chẳng hạn, 3000 đến 100000, hoặc ưu tiên là 5000 đến 80000. Đối với nhựa polyuretan (hàm lượng chất rắn), tỷ lệ được nạp của nhóm uretan tính theo nhóm ure là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 0,05 đến 1,2, hoặc ưu tiên hơn là từ 0,1 đến 0,8.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là dung dịch nhựa polyuretan, nếu cần, các chất phụ gia đã biết như là chất dẻo hóa, tác nhân chống tạo khối, chất làm ổn định chịu nhiệt, chất làm ổn định chịu ánh sáng, chất chống oxy hóa, tác nhân tháo, chất xúc tác, và đồng thời chất màu, thuốc nhuộm, chất bôi trơn, chất độn, và chất ức chế sự thủy phân có thể được phối trộn thêm ở tỷ lệ thích hợp.

Khi nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là dung dịch nhựa polyuretan được tạo thành màng là trường hợp có nhựa polyuretan chứa nước được mô tả ở trên, màng có vẻ bề ngoài, các đặc tính cơ học (độ giãn dài, cường độ), và độ bền tuyệt vời có thể được sản xuất.

Do đó, màng có thể thích hợp được sử dụng cho da nhân tạo hoặc da tổng hợp mà có các ưu điểm là các đặc tính được nêu ở trên.

Dung dịch nhựa polyuretan có thể cũng được sử dụng, ngoài màng, da nhân tạo, và da tổng hợp được mô tả ở trên, chẳng hạn, trong các ứng dụng khác nhau gồm có, chẳng hạn, tấm cán mỏng là vải nhựa polyuretan và polyetylen terephthalat (PET), tấm composit, vải không dệt, ô tô, đồ điện tử, quần áo, vật liệu dùng trong y tế, vật liệu xây dựng, các loại sơn, và các loại chất dính.

Tiếp theo, trường hợp sử dụng nhựa polyuretan của sáng chế làm sơn (chế phẩm phủ) và chất kết dính (hợp phần chất kết dính) sẽ được giải thích.

Khi nhựa polyuretan của sáng chế được sử dụng làm sơn và chất kết dính, nhựa polyuretan của sáng chế được điều chế là nhựa polyuretan hóa rắn hai phần thu được bằng cách điều chế riêng thành phần polyisoxyanat được nêu ở trên và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được nêu ở trên, và phối trộn chúng khi được sử dụng.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan hóa rắn hai phần, đối với thành phần polyisoxyanat được mô tả ở trên, chẳng hạn, chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên (dẫn xuất của 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan) được sử dụng đơn.

Cụ thể hơn là, đối với thành phần polyisoxyanat được mô tả ở trên, polyol được cải biến 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên được sử dụng đơn.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan hóa rắn hai phần, các ví dụ về thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được mô tả ở trên bao gồm thành phần polyol được mô tả ở trên, và ưu tiên là, polyol trọng lượng phân tử cao, và là chế phẩm phủ, ưu tiên là, acrylic polyol được sử dụng.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, nếu cần, hơn nữa, chẳng hạn, polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên, thành phần polythiol, thành phần polyamin, monol và/hoặc monoamin có thể được phối trộn ở tỷ lệ thích hợp.

Nhựa polyuretan hóa rắn hai phần là ưu tiên được sử dụng là sơn loại hóa rắn hai phần và/hoặc tác nhân kết dính loại hóa rắn hai phần. Cụ thể là, đầu tiên, thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được nêu ở trên được điều chế, và thành phần polyisoxyanat sau đó được điều chế riêng. Thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính và thành phần polyisoxyanat được trộn ngay trước khi sử dụng, để điều chế nhựa polyuretan hóa rắn hai phần, và nhựa polyuretan hóa rắn hai phần được phủ lên đồ vật cần được phủ hoặc được kết dính.

Ngoài các thành phần ở trên, nhựa polyuretan hóa rắn hai phần có thể cũng chứa các tác nhân pha trộn chức năng khác theo mục đích và ứng dụng.

Đối với tác nhân pha trộn chức năng, chẳng hạn, CAB (xenluloza axetat

butyrat), NC (nitroxenluloza) hoặc tương tự có thể được chứa để cải thiện đặc tính sấy màng phủ, hoặc polyme được polyme hóa từ axit acrylic hoặc este, hoặc polyeste có thể được chứa để cải thiện độ bóng và độ cứng của màng phủ, và thực hiện ứng dụng sơn.

Thêm nữa, khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan hóa rắn hai phần, chất phụ gia đã biết, như là chất màu, thuốc nhuộm, chất hấp thụ tia tử ngoại, chất tăng tốc hóa rắn, chất làm ổn định ánh sáng, và tác nhân làm mờ, là chế phẩm phủ; hoặc oxyaxit của phospho hoặc dẫn xuất của nó, và tác nhân ghép đôi silan để cải thiện độ bám dính cho các lớp phủ là hợp phần chất kết dính có thể tùy ý được phối trộn ở tỷ lệ thích hợp.

Các ví dụ về chất màu và thuốc nhuộm bao gồm các chất màu vô cơ như là cacbon đen và titan oxit có tính chịu thời tiết tốt; và các chất màu hữu cơ và các thuốc nhuộm như là xanh phtaloxyanin, lục phtaloxyanin, đỏ quinacridon, cam indanthren, vàng isoindolinon.

Các ví dụ về chất hấp thụ tia tử ngoại bao gồm các chất hấp thụ tia tử ngoại là dạng benzophenon, dạng benzotriazol, dạng triazin, và dạng xyanoacrylat.

Các ví dụ về chất tăng tốc hóa rắn bao gồm dibutyltin dilaurat.

Các ví dụ về chất làm ổn định ánh sáng bao gồm chất làm ổn định ánh sáng amin được cản, và cụ thể hơn là, Adeka Stab LA62, Adeka Stab LA67 (tên thương mại, tất cả được sản xuất bởi Adeka Argus Chemical Co., Ltd.), Tinuvin 292, Tinuvin 144, Tinuvin 123, và Tinuvin 440 (tên thương mại, tất cả được sản xuất bởi BASF).

Các ví dụ về tác nhân làm mờ bao gồm silic oxit tổng hợp siêu mịn. Khi tác nhân làm mờ được phối trộn, có thể tạo ra màng phủ đẹp có độ bóng một phần và nhẵn hoàn thiện.

Đối với oxyaxit của phospho hoặc dẫn xuất của nó, các ví dụ về oxyaxit của phospho bao gồm các axit phosphoric như là axit phosphinic, axit phosphoric, axit orthophosphoric, và axit hypophosphoric; và các axit phosphoric được ngưng tụ như là axit metaphosphoric, axit pyrophosphoric, axit

tripoliphosphoric, axit polyphosphoric, và axit ultraphosphoric.

Các ví dụ về dẫn xuất của nó bao gồm các muối như là các muối natri và các muối kali, của các axit phosphoric hoặc các axit phosphoric ngưng tụ; các monoeste như là monometyl orthophosphat, monoetyl orthophosphat, monopropyl orthophosphat, monobutyl orthophosphat, mono-2-ethylhexyl orthophosphat, monophenyl orthophosphat, monometyl phosphit, monoetyl phosphit, monopropyl phosphit, monobutyl phosphit, mono-2-ethylhexyl phosphit, và monophenyl phosphit; các di- và trieste như là di-2-ethylhexyl orthophosphat, diphenyl orthophosphat, trimetyl orthophosphat, trietyl orthophosphat, tripropyl orthophosphat, tributyl orthophosphat, tri-2-ethylhexyl orthophosphat, triphenyl orthophosphat, dimetyl phosphit, dietyl phosphit, dipropyl phosphit, dibutyl phosphit, di-2-ethylhexyl phosphit, diphenyl phosphit, trimetyl phosphit, trietyl phosphit, tripropyl phosphit, tributyl phosphit, tri-2-ethylhexyl phosphit, và triphenyl phosphit; hoặc các mono-, di- và trieste thu được từ các axit phosphoric ngưng tụ và các rượu.

Đối với oxyaxit của phospho hoặc dẫn xuất của nó, các oxyaxit của phospho khác nhau được nêu ở trên hoặc các dẫn xuất của chúng có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại. Oxyaxit của phospho hoặc dẫn xuất của nó được phối trộn theo tỷ lệ 0,001 đến 3 phần khối lượng, hoặc ưu tiên là 0,01 đến 2,5 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của tổng thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Tác nhân ghép đôi silan được thể hiện bởi, chẳng hạn, công thức cấu tạo là $R-Si\equiv(X)_3$ hoặc $R-Si\equiv(R')(X)_2$, (trong đó R là nhóm hữu cơ có nhóm vinyl, epoxy, amino, imino, isoxyanat, hoặc mercapto; R' là nhóm alkyl thấp có 1 đến 4 nguyên tử cacbon; và X là nhóm metoxy hoặc etoxy, hoặc nguyên tử clo).

Các ví dụ cụ thể về tác nhân ghép đôi silan bao gồm các closilan như là vinyltriclosilan; các epoxysilan như là γ -glyxidoxypropyltrimetoxysilan, γ -glyxidoxypropyltriethoxysilan, β -(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan, và di(γ -glyxidoxypropyl)dimetoxysilan; các aminosilan như là N- β -(aminoetyl)- γ -aminopropyltrimetoxysilan, γ -aminopropyltriethoxysilan, N- β -(aminoetyl)- γ -

propylmethyl dimetoxysilan, N-(dimetoxymethylsilylpropyl)etylendiamin, n-(triethoxysilylpropyl)etylendiamin, và N-phenyl- γ -aminopropyltrimetoxysilan; các vinyl silan như là vinyltriethoxysilan; và các isoxyanato silan như là γ -isoxyanatopropyltrimetoxysilan và γ -isoxyanatopropyltriethoxysilan.

Đối với tác nhân ghép đôi silan, các tác nhân ghép đôi silan khác nhau được nêu ở trên có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại. Tác nhân ghép đôi silan được phối trộn theo tỷ lệ là 0,001 tới 10 phần khối lượng, hoặc ưu tiên là 0,01 tới 5 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của tổng thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Các tác nhân pha trộn chức năng và các chất phụ gia này có thể được phối trộn sơ bộ với thành phần polyisoxyanat và/hoặc thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, hoặc có thể cũng được phối trộn với nhựa polyuretan hóa rắn hai phần sau khi phối trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan hóa rắn hai phần, thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được phối trộn ở thời điểm sử dụng, để điều chế nhựa polyuretan hóa rắn hai phần, và nhựa polyuretan hóa rắn hai phần được phủ lên vật dụng cần được phủ hoặc được dính.

Thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được phối trộn ở tỷ lệ mà tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là, chẳng hạn, 0,5 đến 3, ưu tiên là 0,5 đến 1,5, ưu tiên hơn là 0,8 đến 1,2.

Nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất như vậy là nhựa polyuretan hóa rắn hai phần có thể được sấy và được hóa rắn trong thời gian sấy ngắn, và tuyệt vời về các đặc tính phủ và bám dính như là độ cứng phủ và độ bền kéo, và thêm nữa có độ bền tuyệt vời.

Nhựa polyuretan hóa rắn hai phần có thể được phủ lên vật dụng cần được phủ hoặc được dính bằng bất kỳ phương pháp phủ nào như là phủ phun,

phủ phun không khí, phủ bằng chổi quét, phủ nhúng, phương pháp dùng thiết bị phủ con lăn, và phương pháp dùng thiết bị phủ dòng, mà không có giới hạn cụ thể nào.

Vật dụng cần được phủ không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ về chúng bao gồm các chất vô cơ như là bê tông, đá tự nhiên, và thủy tinh; các kim loại như là sắt, thép không gỉ, nhôm, đồng, đồng thau, và titan; và các chất hữu cơ như là plastic gồm có polycacbonat, polyamit, ABS (copolyme acrylonitril-butadien-styren), polypropylen, polyetylen, nhựa axit polylactic, cao su, chất kết dính, và gỗ. Cụ thể, nhựa polyuretan hóa rắn hai phần thích hợp để phủ lại các bề mặt của các màng phủ đã được tạo ra. Nó cũng thích hợp để phủ cho plastic gia cường bằng sợi (FRP) là composit hữu cơ/vô cơ, composit bê tông polyme, bê tông được gia cường bằng sợi, hoặc tương tự.

Vật dụng cần được dính không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ về chúng bao gồm các vật liệu xây dựng khác nhau và các màng được cán mỏng khác nhau.

Cụ thể hơn là, nhựa polyuretan hóa rắn hai phần là thích hợp dùng cho phương tiện vận tải như ô tô, tàu điện, máy bay; các bộ phận dùng trong xây dựng như là bộ phận của cầu và tòa tháp bằng thép; các trang thiết bị công nghiệp như là tấm chống nước, bồn chứa, và đường ống; các bộ phận của công trình xây dựng như là phần ngoại thất của công trình, vật liệu làm cửa, cửa sổ, công trình kỷ niệm, và cọc; các bộ phận của đường như là dải phân cách, lan can bảo vệ, và vách cách âm; các trang thiết bị trong viễn thông như là điện thoại di động, điện thoại thông minh, và máy tính bảng; tấm lưng của pin năng lượng mặt trời; hoặc các bộ phận điện hoặc điện tử.

Tiếp theo, trường hợp sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế dưới dạng bột polyuretan sẽ được giải thích.

Nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất dưới dạng bột polyuretan được sản xuất từ nguyên liệu thô chứa thành phần polyisoxyanat, thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, tác nhân tạo bọt, và chất xúc tác uretan hóa.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là bột polyuretan, các ví dụ

về thành phần polyisoxyanat bao gồm 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên, và ưu tiên là, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên được sử dụng đơn.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là bột polyuretan, các ví dụ về thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được mô tả ở trên bao gồm thành phần polyol được mô tả ở trên.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, ưu tiên là, polyol trọng lượng phân tử cao được mô tả ở trên, ưu tiên hơn là, polyete polyol được sử dụng.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là bột polyuretan, polyol trọng lượng phân tử cao có chỉ số hydroxyl là, chẳng hạn, 10 đến 120 mgKOH/g, ưu tiên là 20 đến 10 mgKOH/g, ưu tiên hơn là 20 đến 80 mgKOH/g, và trọng lượng phân tử trung bình theo số là, chẳng hạn, 400 đến 20000.

Khi chỉ số hydroxyl nằm trong khoảng nêu trên, bột polyuretan có thể đạt được độ biến dạng đàn hồi và đập được cải thiện và độ biến dạng sau khi nén lâu dài thấp.

Polyol trọng lượng phân tử cao có độ chức trung bình ưu tiên là khoảng từ 2 đến 6 theo quan điểm cải thiện về các đặc tính cơ học.

Thêm nữa, polyol trọng lượng phân tử cao được điều chế ưu tiên là ở trạng thái lỏng ở nhiệt độ trong phòng để cải thiện các đặc tính trộn với thành phần polyisoxyanat.

Hơn nữa, đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, nếu cần, polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên, thành phần polythiol, thành phần polyamin, monol và/hoặc monoamin có thể được phối trộn ở tỷ lệ thích hợp, chẳng hạn. Khi polyol trọng lượng phân tử thấp và thành phần polyamin được sử dụng kết hợp cho thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, polyol trọng lượng phân tử thấp và/hoặc thành phần polyamin được phối trộn là tác nhân tạo liên kết ngang để cải thiện độ biến dạng đàn hồi và đập của bột polyuretan.

Các tác nhân tạo liên kết ngang có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp

hai hoặc nhiều loại. Lượng tác nhân tạo liên kết ngang được phối trộn là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 0,5 đến 10 phần khối lượng, hoặc ưu tiên là 1 tới 7 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của polyol trọng lượng phân tử cao.

Đối với tác nhân tạo bọt, chẳng hạn, tác nhân tạo bọt hóa học và tác nhân tạo bọt vật lý có thể được sử dụng. Các ví dụ về tác nhân tạo bọt hóa học bao gồm nước, mà sinh ra cacbon dioxid bằng phản ứng với thành phần polyisoxyanat. Lượng của tác nhân tạo bọt hóa học là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,1 tới 6 phần khối lượng, ưu tiên là 0,5 đến 5 phần khối lượng, hoặc ưu tiên hơn là 0,5 đến 4 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của polyol trọng lượng phân tử cao.

Các ví dụ về tác nhân tạo bọt vật lý bao gồm các metylen clorua, các cloflocacbon, các hydroxy cloflocacbon (HCFC-134a v.v.), các hydrocacbon (xyclopentan, v.v.), cacbon dioxid, cacbon dioxid hóa lỏng, khí (cacbon dioxid) vượt giới hạn, các HFC (các hydroflocacbon), các tác nhân tạo bọt hữu cơ (các tác nhân tạo bọt hữu cơ có sự phân hủy nhiệt độ là từ 60 đến 130°C, gồm có chẳng hạn, các hợp chất azo như là diazoaminobenzen, etyl diazoaxetat, diazoaxetic axidamit, và azodicacbonamit; và các hợp chất sulfonylhydrazit như là benzen sulphonyl hydrazit và p-toluen sulphonyl hydrazit), và các tác nhân tạo bọt vô cơ (các tác nhân tạo bọt vô cơ có sự phân hủy nhiệt độ là từ 60 đến 130°C, gồm có, chẳng hạn, amoni cacbonat, amoni hydrocacbonat, natri hydrocacbonat, amoni axit phosphoric, v.v.).

Các tác nhân tạo bọt vật lý này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại. Lượng tác nhân tạo bọt vật lý là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,1 tới 4 phần khối lượng, hoặc ưu tiên là từ 0,1 tới 3 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của polyol trọng lượng phân tử cao.

Tỷ trọng của bọt polyuretan có thể được kiểm soát theo lượng phối trộn của tác nhân tạo bọt.

Đối với chất xúc tác uretan hóa, các chất xúc tác uretan hóa đã biết được nêu ở trên có thể được sử dụng. Ưu tiên là, các amin và các muối kali được sử

dụng kết hợp. Lượng chất xúc tác uretan hóa là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 0,01 tới 3 phần khối lượng, hoặc ưu tiên là 0,02 đến 1,5 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của polyol trọng lượng phân tử cao.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế dưới dạng bột polyuretan, vật liệu thô, chất làm ổn định bột hoặc các chất phụ gia khác có thể tùy ý được phối trộn thêm ở tỷ lệ thích hợp.

Các ví dụ về chất làm ổn định bột bao gồm các chất làm ổn định bột gốc silicon như là copolyme khối siloxan-oxyalkylen. Các ví dụ cụ thể của chúng bao gồm các sản phẩm được sản xuất bởi MOMENTIVE, các tên thương mại: L-580, L-590, L-620, L-680, L-682, L-690, SC-154, SC-155, SC-240, L-598, L-2100, L-2171, SH-210, L-2114, SE-232, L-533, L-534, L-539, M-6682B, L-626, L-627, L-3001, L-3111, L-3415, L-3002, L-3010, L-3222, L-3416, L-3003, L-3333, L-3417, L-2171, L-3620, L-3630, L-3640, L-3170, L-3360, L-3350, L-3555, L-3167, L-3150, L-3151, L-5309, SH-209, và L-3184.

Các ví dụ nữa của chúng bao gồm các sản phẩm được sản xuất bởi Dow Corning Toray Co., Ltd., các tên thương mại: SF-2964, SF-2962, SF-2969, SF-2971, SF-2902L, SF-2904, SF-2908, SF-2909, SRX-274C, SZ-1328, SZ-1329, SZ-1330, SZ-1336, SZ-1346, SZ-3601, SRX-294A, SRX-280A, SRX-298, SH-190, SH-192, và SH-194.

Thêm nữa, các ví dụ về chúng bao gồm các sản phẩm được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., các tên thương mại: F-327, F-345, F-305, và F-242T; và các sản phẩm được sản xuất bởi BYK Chemie, các tên thương mại: Silbyk 9700, Silbyk 9705, và Silbyk 9710.

Các chất làm ổn định bột này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại. Lượng chất làm ổn định bột là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,1 tới 3 phần khối lượng, hoặc ưu tiên là 0,2 đến 1,5 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của polyol trọng lượng phân tử cao.

Các ví dụ về các chất phụ gia khác bao gồm chất làm ổn định chịu nhiệt (chất chống oxy hóa), chất làm ổn định chịu ánh sáng, và chất làm ổn định đa chức.

Các ví dụ về chất làm ổn định chịu nhiệt bao gồm các chất làm ổn định như là chất làm ổn định dạng phenol không tự do, chất làm ổn định dạng amin, chất làm ổn định dạng phospho, và chất làm ổn định lưu huỳnh.

Các ví dụ về chất làm ổn định chịu ánh sáng bao gồm chất hấp thụ tia tử ngoại dạng benzophenon, chất hấp thụ tia tử ngoại dạng benzotriazol, chất hấp thụ tia tử ngoại dạng amin không tự do, chất hấp thụ tia tử ngoại dạng salixylat, chất hấp thụ tia tử ngoại dạng xyanoacrylat, chất hấp thụ tia tử ngoại dạng acrylonitril, chất hấp thụ tia tử ngoại dạng phức chất niken hoặc coban. Trong số chúng, chất hấp thụ tia tử ngoại dạng benzophenon và chất hấp thụ tia tử ngoại dạng benzotriazol là được ưu tiên.

Chất làm ổn định đa chức là chất làm ổn định, chẳng hạn, có cả chức năng hấp thụ tia tử ngoại và chức năng chống oxy hóa, và các ví dụ cụ thể về chúng bao gồm hợp chất benzotriazolyl-alkyl bisphenol.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế dưới dạng bột polyuretan, phương pháp để sản xuất bột polyuretan không bị giới hạn cụ thể, và phương pháp tạo bột đã biết có thể được sử dụng.

Chẳng hạn, vật liệu thô, các thành phần (tức là, thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, tác nhân tạo bọt và chất xúc tác uretan hóa là các thành phần cơ bản, và tác nhân tạo liên kết ngang, chất làm ổn định bọt, và chất phụ gia là các thành phần tùy chọn) ngoài thành phần polyisoxyanat được phối trộn sơ bộ để điều chế thể trộn lẫn nhựa từ trước. Tiếp theo, thành phần polyisoxyanat và thể trộn lẫn nhựa từ trước được phối trộn để thực hiện đúc bọt. Các phương pháp đã biết như là quy trình tạo bọt phiến và quy trình tạo bọt khuôn đúc có thể được sử dụng để đúc bọt.

Theo cách khác, các thành phần khác nhau được nêu ở trên (tức là, thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, tác nhân tạo bọt và chất xúc tác uretan hóa là các thành phần cơ bản, và tác nhân tạo liên kết ngang, chất làm ổn định bọt, và chất phụ gia là các thành phần tùy chọn) có thể được phối trộn, chẳng hạn, với thể trộn lẫn nhựa từ trước không phải là một cách sơ bộ nhưng ngay trước khi tạo bọt.

Đối với tỷ lệ phối trộn của thành phần polyisoxyanat và thể trộn lẫn nhựa từ trước, chỉ số (INDEX), được thể hiện bởi tỷ lệ mol của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính theo phần trăm, là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 70 đến 180, ưu tiên là 80 đến 150, hoặc ưu tiên hơn là 85 đến 130.

Trong phương pháp sản xuất được nêu ở trên, quy trình tạo bột sủi văng cơ học có thể cũng được sử dụng. Quy trình tạo bột sủi văng cơ học được thực hiện theo cách dưới đây. Trước tiên, không khí được thổi vào thể trộn lẫn nhựa từ trước để sục, và các vi bong bóng đồng nhất được tạo ra trong thể trộn lẫn nhựa từ trước (nạp không khí). Tiếp theo, polyisoxyanat được trộn trong đó và được cho phản ứng để được hóa rắn ở nhiệt độ là 60 đến 130°C.

Quy trình tạo bột phiến tạo ra các vật dụng đúc, chẳng hạn, để làm quần áo, vệ sinh, hoặc tương tự. Cụ thể là, đầu tiên, bột polyuretan được đúc bằng quy trình tạo bột phiến và sau đó, được cắt thành kích thước được định trước. Sau đó, bột đúc được cắt được đặt vào trong khuôn đúc và được tạo nhiệt sao cho có hình dạng mong muốn, nhờ đó tạo ra vật dụng đúc. Đối với các điều kiện tạo nhiệt, chẳng hạn, bột được gia nhiệt ở nhiệt độ là 180 đến 220°C trong thời gian từ vài tá giây đến vài phút.

Mặt khác, quy trình tạo bột trong khuôn đúc tạo ra các vật dụng đúc cho giày, phần chịu áp lực cơ thể, hoặc tương tự. Cụ thể là, đầu tiên, dung dịch phản ứng được trộn với thể trộn lẫn nhựa từ trước và thành phần polyisoxyanat được phun vào khuôn có hình dạng mong muốn trong đó nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ tới, chẳng hạn, 40 đến 70°C. Tiếp theo, dung dịch phản ứng được tạo bột trong khuôn đúc để tạo ra bột polyuretan. Sau đó, vật dụng đúc mong muốn được sản xuất nhờ các bước tiếp theo như là phủ và dính.

Kết quả của quy trình ở trên là, nhựa polyuretan của sáng chế có thể được sản xuất là, chẳng hạn, bột polyuretan dẻo, bán cứng, cứng, hoặc tế vi (có tỷ trọng là, chẳng hạn, 10 đến 200 kg/m³, ưu tiên là 20 đến 80 kg/m³, hoặc ưu tiên hơn là 25 đến 70 kg/m³).

Nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là bột polyuretan có tỷ

trọng cao, khả năng co thấp, và khả năng thấm tuyệt vời. Hơn nữa, nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là bột polyuretan có các đặc tính cơ học tuyệt vời (độ cứng, độ giãn dài, cường độ, v.v.), và độ bền.

Do đó, nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất như vậy dưới dạng bột polyuretan có thể được sử dụng rộng rãi trong các ứng dụng như là đồ vật trong phòng như là nệm và sofa; ghế; các vật dụng là quần áo như là áo lót, quần áo lót, và miếng đệm vai; các dụng cụ mỹ phẩm như là miếng xoa phấn; vật dụng cho giày như là đế; thêm nữa, loa; vật liệu đệm liệu, các vật dụng đỡ cơ thể như là đệm và đệm dùng cho xe cộ; các vật liệu chịu nhiệt dùng cho thiết bị làm chạy lạnh điện hoặc các tòa nhà; các chất độn, và các vật dụng dùng cho xe cộ như là các tay cầm trên xe cộ; và các bộ phận của robot.

Tiếp theo, trường hợp sản xuất bột quánh là nhựa polyuretan của sáng chế sẽ được giải thích.

Trong trường hợp này, nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là hạt nhựa polyuretan bằng phản ứng của thành phần polyisoxyanat được mô tả ở trên với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được mô tả ở trên.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là hạt nhựa polyuretan, các ví dụ về thành phần polyisoxyanat bao gồm 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên, và ưu tiên là, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên được sử dụng đơn.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là hạt nhựa polyuretan, các ví dụ về thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính bao gồm thành phần polyol được mô tả ở trên.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, ưu tiên là, polyol trọng lượng phân tử cao, ưu tiên hơn là, polyeste polyol được sử dụng.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là hạt nhựa polyuretan, thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính chứa chất kéo dài mạch.

Các ví dụ về chất kéo dài mạch bao gồm các chất kéo dài mạch tương tự như được sử dụng khi nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan chứa nước, và các ví dụ cụ thể về chúng bao gồm các polyol trọng

lượng phân tử thấp như là các rượu hai nhóm hydroxy được nêu ở trên và các rượu ba nhóm hydroxy được nêu ở trên; và các thành phần polyamin như là các diamin vòng béo được nêu ở trên và các diamin béo được nêu ở trên.

Đối với chất kéo dài mạch, các rượu hai nhóm hydroxy là được ưu tiên là, hoặc etylen glycol, 1,3-propandiol, 1,4-butandiol, và 1,6-hexametylen glycol là được ưu tiên hơn.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, nếu cần, chẳng hạn, polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên, thành phần polythiol, thành phần polyamin, monol và/hoặc monoamin có thể được sử dụng cùng nhau.

Thành phần polyisoxyanat có thể được cho phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính thích hợp với phương pháp đúc polyuretan đã biết, chẳng hạn, bằng trên quy trình một công đoạn được mô tả ở (quy trình một công đoạn được sử dụng để sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là các elastome), và quy trình tiền chất polyme được mô tả ở trên (quy trình tiền chất polyme được sử dụng để sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là các elastome). Ưu tiên là, thành phần polyisoxyanat được cho phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính bằng quy trình tiền chất polyme.

Khi quy trình một công đoạn được sử dụng, các thành phần được mô tả ở trên, và thành phần polyisoxyanat được mô tả ở trên và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được mô tả ở trên được phối trộn đồng thời ở tỷ lệ mà tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là, chẳng hạn, 0,8 đến 1,1, ưu tiên là 0,9 đến 1,05.

Phản ứng này được tiếp tục, chẳng hạn, ở môi trường nitơ ở nhiệt độ phản ứng là từ 40 đến 260°C, hoặc ưu tiên là 80 đến 220°C trong thời gian phản ứng là từ 0,5 đến 10 giờ, hoặc ưu tiên là từ 2 tới 8 giờ.

Trong phản ứng, nếu cần, chất xúc tác uretan hóa được nêu ở trên (chất xúc tác uretan hóa được sử dụng khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome) hoặc dung môi hữu cơ được nêu ở trên (dung môi hữu cơ được sử dụng khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome) có thể được bổ sung.

Chất xúc tác uretan hóa được bổ sung với lượng là, chẳng hạn, 0,001 tới 5 phần khối lượng, hoặc ưu tiên là 0,01 tới 3 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của polyol trọng lượng phân tử cao.

Sau đó, trong quy trình một công đoạn, nhựa polyuretan thu được như vậy, nếu cần, được ép bằng phương pháp đã biết và sau đó, phương pháp tán đông lạnh được thực hiện để tạo ra nhựa polyuretan của sáng chế dưới dạng bột.

Khi quy trình tiền chất polyme được sử dụng, đầu tiên, các thành phần được phối trộn và được cho phản ứng ở tỷ lệ mà tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính (ví dụ, polyol trọng lượng phân tử cao, và, các thành phần được phối trộn cần thiết như là polyol trọng lượng phân tử thấp, thành phần polythiol, thành phần polyamin, monol và monoamin) ngoại trừ chất kéo dài mạch là, chẳng hạn, 1,1 tới 4, ưu tiên là 1,4 đến 2,5, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat.

Khi tỷ lệ đương lượng ở trên là nhỏ hơn 1,1, nhựa polyuretan có trọng lượng phân tử cao quá mức, có thể làm suy biến khả năng đúc. Mặt khác, khi nó vượt quá 4, vật dụng đúc quánh có thể trở nên cứng, có thể làm hỏng kết cấu.

Phản ứng này được tiếp tục, chẳng hạn, ở môi trường nitơ ở nhiệt độ phản ứng là từ 40 đến 180°C, hoặc ưu tiên là 60 đến 140°C trong thời gian phản ứng là từ 0,5 đến 10 giờ, hoặc ưu tiên là từ 2 tới 8 giờ, và trong hệ phản ứng, phản ứng được kết thúc ở thời điểm khi hàm lượng nhóm isoxyanat mong muốn (ví dụ, 1 tới 12% theo khối lượng) thu được. Trong phản ứng, nếu cần, chất xúc tác uretan hóa được nêu ở trên (chất xúc tác uretan hóa được sử dụng khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome) hoặc dung môi hữu cơ được nêu ở trên (dung môi hữu cơ được sử dụng khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome) có thể được bổ sung.

Tiếp theo, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat thu được như vậy và chất kéo dài mạch được phối trộn ở tỷ lệ mà tỷ lệ đương lượng (nhóm hydro hoạt tính/NCO) của nhóm hydro hoạt tính trong chất kéo dài mạch tính

theo nhóm isoxyanat trong tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 0,8 đến 1,1, hoặc ưu tiên là 0,9 đến 1,05, và hỗn hợp được phối trộn được đưa đi phản ứng kéo dài mạch, nhờ đó nhựa polyuretan được sản xuất.

Trong phản ứng kéo dài mạch, chẳng hạn, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được phân tán trong môi trường phân tán không chứa nước hoặc môi trường phân tán chứa nước để điều chế thể phân tán của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat, và chất kéo dài mạch được bổ sung ở một lần hoặc theo nhiều phần vào thể phân tán.

Các ví dụ về môi trường phân tán không chứa nước bao gồm các dung môi hữu cơ được nêu ở trên, và các ví dụ về môi trường phân tán chứa nước bao gồm nước, hoặc các dung dịch được trộn của nước và các rượu (ví dụ, metanol, etanol, v.v.).

Lượng phối trộn của môi trường phân tán không chứa nước hoặc môi trường phân tán chứa nước là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 10 đến 200 phần khối lượng, hoặc ưu tiên là 20 đến 150 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat.

Khi tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được phân tán trong môi trường phân tán chứa nước, chẳng hạn, hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước được nêu ở trên (hợp chất hydro hoạt tính chứa nhóm hút nước được sử dụng khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan chứa nước) được chứa trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính trong điều chế tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat, nhờ đó tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat có thể được nhũ hóa nội tại.

Theo cách khác, khi tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được phân tán trong môi trường phân tán chứa nước, chất nhũ hóa nội tại tương tự như chất nhũ hóa nội tại được nêu ở trên (chất nhũ hóa nội tại được sử dụng khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan chứa nước) được bổ sung vào môi trường phân tán chứa nước và/hoặc tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat, nhờ đó tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat

có thể cũng được nhũ hóa bên ngoài.

Thêm nữa, thể phân tán chất làm ổn định có thể được bổ sung vào thể phân tán để ngăn chặn sự lắng đọng của pha phân tán. Các ví dụ về thể phân tán chất làm ổn định bao gồm cả tác nhân phân tán được mô tả trong Công bố sáng chế Nhật Bản chưa thẩm định số 2004-169011, như là nhựa thu được bằng ngưng tụ khử nước alkenyl succinic anhydrit và polyol hoặc polyeste polyol; nhựa alkyt thu được bằng ngưng tụ khử nước một phần của các nhóm OH còn lại của polyeste, mà được sản xuất bằng ngưng tụ khử nước axit dicarboxylic và pentaerythritol, với các axit béo; nhựa thu được bằng ghép monome chưa bão hòa etylen vào polyol thu được bằng ngưng tụ khử nước axit dicarboxylic chứa liên kết chưa bão hòa và polyol hoặc polyeste polyol, và sau đó che nhóm OH; và nhựa thu được bằng cách che nhóm OH của polyol thu được bằng ngưng tụ khử nước axit dicarboxylic chứa liên kết chưa bão hòa và polyol hoặc polyeste polyol, và sau đó ghép monome chưa bão hòa etylen.

Lượng phối trộn của chất nhũ hóa nội tại hoặc thể phân tán chất làm ổn định là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 0,05 đến 5 phần khối lượng, ưu tiên là từ 0,1 tới 3 phần khối lượng, hoặc ưu tiên hơn là 0,15 đến 1,5 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat.

Phản ứng kéo dài mạch được thực hiện, chẳng hạn, ở nhiệt độ phản ứng là 10 đến 100°C, hoặc ưu tiên là 20 đến 90°C trong thời gian phản ứng là 0,5 đến 8 giờ, hoặc ưu tiên là từ 2 tới 6 giờ. Trong phản ứng, nếu cần, chất xúc tác uretan hóa đã biết được nêu ở trên có thể được bổ sung.

Như vậy, nhựa polyuretan có thể được sản xuất dưới dạng thể phân tán.

Trong phản ứng kéo dài mạch, mà không phân tán tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat trong môi trường phân tán không chứa nước hoặc môi trường phân tán chứa nước, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat và chất kéo dài mạch có thể được cho phản ứng trực tiếp với nhau.

Đối với nhựa polyuretan của sáng chế, khi thể phân tán được điều chế từ môi trường phân tán không chứa nước, các chất rắn được tách, chẳng hạn, bằng

biện pháp tách như là lọc để thu được nhựa polyuretan dưới dạng bột. Mặt khác, khi thể phân tán được điều chế từ môi trường phân tán chứa nước, các chất rắn được tách, chẳng hạn, bằng sấy phun để thu được nhựa polyuretan dưới dạng bột. Thêm nữa, khi tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat và chất kéo dài mạch được cho phản ứng trực tiếp với nhau mà không phân tán trong môi trường phân tán không chứa nước hoặc môi trường phân tán chứa nước, nhựa polyuretan được sản xuất dưới dạng bột, chẳng hạn, bằng phương pháp tán đông lạnh.

Đồng thời, khi nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là hạt nhựa polyuretan, thêm nữa, các chất phụ gia đã biết như là chất dẻo hóa, tác nhân chống đóng khối, chất làm ổn định chịu nhiệt, chất làm ổn định chịu ánh sáng, chất chống oxy hóa, và tác nhân tháo; thêm nữa, chất chống oxy hóa, chất màu, thuốc nhuộm, chất bôi trơn, chất độn, và chất ức chế sự thủy phân; hoặc thêm nữa, monome tạo liên kết ngang được nhờ nhiệt và chất ức chế polyme hóa có thể tùy ý được phối trộn ở tỷ lệ thích hợp. Các chất phụ gia này có thể được bổ sung ở thời điểm tổng hợp các thành phần, hoặc có thể được bổ sung ở thời điểm trộn và hòa tan các thành phần, hoặc có thể được bổ sung sau khi tổng hợp.

Theo nhựa polyuretan của sáng chế thu được như vậy dưới dạng bột (hạt nhựa polyuretan), vật dụng đúc quánh có khả năng tháo tuyệt vời khỏi khuôn đúc sau khi đúc trong đúc quánh, độ bền kéo, và các đặc tính nhiệt, và thêm nữa có độ bền, kết cấu (cảm giác), và vẻ bề ngoài tuyệt vời có thể được đúc quánh với hiệu quả sản xuất cao.

Do đó, vật dụng đúc quánh của sáng chế có độ bền kéo và các đặc tính nhiệt tuyệt vời, và thêm nữa có kết cấu (cảm giác) và vẻ bề ngoài tuyệt vời.

Do đó, nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là hạt nhựa polyuretan và vật dụng đúc của chúng là hữu ích trong các lĩnh vực khác nhau liên quan đến đúc quánh, chẳng hạn, vật dụng như là sofa và giường; đồ chơi; đồ thể thao; và các chất kết dính chất điều màu, và đặc biệt là hữu ích trong vật dụng trang trí nội thất ô tô. Nhựa polyuretan (hạt nhựa polyuretan) của sáng chế là hữu ích trong các lĩnh vực ngoài liên quan đến đúc quánh, chẳng hạn, các

chất kết dính chất điều màu.

Tiếp theo, trường hợp sản xuất vật dụng đúc đàn hồi (spandex) là nhựa polyuretan của sáng chế sẽ được giải thích.

Trong trường hợp này, nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan để đúc đàn hồi bằng phản ứng của thành phần polyisoxyanat được mô tả ở trên với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được mô tả ở trên.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan để đúc đàn hồi, thành phần polyisoxyanat gồm có 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên, và ưu tiên là, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên được sử dụng đơn.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan để đúc đàn hồi, đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, chẳng hạn, thành phần polyol được mô tả ở trên được sử dụng.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, ưu tiên là, polyol trọng lượng phân tử cao, ưu tiên hơn là, polyeste polyol, polyete polyol, polycacbonat polyol được sử dụng. Các ví dụ về polyete polyol bao gồm polytetrametylen ete glycol và polytrimetyleneteglycol được mô tả ở trên. Polyetylen glycol có thể cũng được sử dụng. CPR (tỷ lệ polyme hóa được kiểm soát) của polyalkylene polyol gồm có polyetylen glycol là 5 hoặc thấp hơn, ưu tiên hơn nữa là 3 hoặc thấp hơn, ưu tiên nhất là 2 hoặc thấp hơn. CPR được đo phù hợp với phương pháp được mô tả trong JIS K 1557-1. Bằng cách sử dụng polyoxyalkylene polyol có CPR trong khoảng như vậy, các phản ứng phụ dựa trên nhóm isoxyanat trong phản ứng với 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan của sáng chế có thể được ngăn chặn.

Các ví dụ về chất kéo dài mạch bao gồm các chất kéo dài mạch tương tự như được sử dụng khi nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan chứa nước, và các ví dụ cụ thể của chúng bao gồm các polyol trọng lượng phân tử thấp như là các rượu hai nhóm hydroxy được nêu ở trên và các rượu ba nhóm hydroxy được nêu ở trên; và các thành phần polyamin như là các

diamin vòng béo được nêu ở trên và các diamin béo được nêu ở trên. Trong số chúng, thành phần polyamin là được ưu tiên, hoặc diamin béo là được ưu tiên hơn.

Đối với chất kéo dài mạch được sử dụng trong trường hợp sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan để đúc đàn hồi, monoamin được nêu ở trên có thể được sử dụng. Thêm nữa, miễn là khả năng đúc hoặc khả năng kéo dài của nhựa polyuretan không bị suy kém, hợp chất amin như là bis-(4-amino-3-clophenyl)metan, diethyltoluendiamin, dimethylthiotoluendiamin, trimetylen-bis(4-aminobenzoat), hoặc 4,4'-diamino-3,3-diethyl-5,5-dimetyldiphenylmetan có thể cũng được sử dụng.

Các chất kéo dài mạch này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại. Cụ thể, nhựa polyuretan của sáng chế có thể được điều chỉnh tới trọng lượng phân tử mong muốn bằng cách sử dụng thành phần polyamin và monoamin kết hợp. Trong số chúng, đối với thành phần polyamin, etylendiamin, hydrazin (gồm có hydrat của chúng), 1,2-diaminopropan, 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan, và 1,4-xyclohexandiamin là được ưu tiên, và đối với monoamin, di-n-butylamin và diethylamin là được ưu tiên. Ưu tiên hơn là kết hợp sử dụng diethylamin và etylendiamin (ví dụ, diethylamin (DEA) và etylendiamin (EDA) ở tỷ lệ mol (DEA/EDA) là 0,5/99,5 đến 20/80).

Khi kéo dài mạch được thực hiện bằng cách sử dụng các chất kéo dài mạch này, nhóm ure ($-\text{NH}_2\text{-CO-NH}_2-$) có thể được chứa trong phân đoạn cứng (phân đoạn thu được bằng phản ứng giữa thành phần polyisoxyanat và chất kéo dài mạch) được chứa trong nhựa polyuretan. Do đó, nhựa polyuretan có tính đàn hồi tuyệt vời và khả năng kéo dài có thể được sản xuất.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, nếu cần, chẳng hạn, polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên, thành phần polythiol, thành phần polyamin, monol và/hoặc monoamin có thể được sử dụng với nhau.

Thành phần polyisoxyanat có thể cho phép phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính thích hợp với phương pháp đúc polyuretan đã biết, chẳng hạn, bằng quy trình một công đoạn được mô tả ở trên (quy trình một công

đoạn được sử dụng để sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là các elastome), và quy trình tiền chất polyme được mô tả ở trên (quy trình tiền chất polyme được sử dụng để sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là các elastome).

Khi quy trình một công đoạn được sử dụng, các thành phần được mô tả ở trên, và thành phần polyisoxyanat được mô tả ở trên và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được mô tả ở trên được phối trộn đồng thời ở tỷ lệ mà tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính là, chẳng hạn, 0,9 đến 1,1, ưu tiên là 0,98 đến 1,05.

Phản ứng này có thể được thực hiện theo cách tương tự như polyme hóa khối (polyme hóa khối được thực hiện khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome) hoặc polyme hóa dung dịch (polyme hóa dung dịch được thực hiện khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome).

Khi polyme hóa khối được sử dụng, chẳng hạn, các thành phần được nêu ở trên được cho phản ứng ở môi trường nitơ ở nhiệt độ là 100 đến 250°C hoặc ưu tiên là 130 đến 220°C trong 0,5 đến 12 giờ, hoặc ưu tiên là 1 tới 10 giờ.

Khi polyme hóa dung dịch được sử dụng, chẳng hạn, các thành phần được nêu ở trên được cho phản ứng ở môi trường nitơ ở nhiệt độ là 30 đến 100°C hoặc ưu tiên là 40 đến 90°C trong từ 2 tới 10 giờ, hoặc ưu tiên là 3 tới 8 giờ.

Khi quy trình tiền chất polyme được sử dụng, đầu tiên, các thành phần được phối trộn và được cho phản ứng ở tỷ lệ mà tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính (ví dụ, polyol trọng lượng phân tử cao, và các thành phần này được phối trộn nếu cần như là polyol trọng lượng phân tử thấp, thành phần polythiol, thành phần polyamin, monol và monoamin) ngoại trừ chất kéo dài mạch là, chẳng hạn, 1,1 tới 5, ưu tiên là 1,3 đến 3, ưu tiên hơn nữa là 1,3 đến 2,5, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat.

Phản ứng này được tiếp tục, chẳng hạn, ở môi trường nitơ ở nhiệt độ

phản ứng là 40 đến 130°C, hoặc ưu tiên là 50 đến 120°C trong thời gian phản ứng là 1 tới 10 giờ, hoặc ưu tiên là từ 2 tới 6 giờ. Trong phản ứng, nếu cần, chất xúc tác uretan hóa được nêu ở trên (chất xúc tác uretan hóa khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome) hoặc dung môi hữu cơ có thể cũng được bổ sung.

Tiếp theo, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat thu được như vậy và chất kéo dài mạch được phối trộn ở tỷ lệ mà tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) của nhóm isoxyanat trong tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong chất kéo dài mạch là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 0,9 đến 1,1, hoặc ưu tiên là 0,98 đến 1,05, và hỗn hợp được phối trộn được đưa đi phản ứng kéo dài mạch, nhờ đó nhựa polyuretan được sản xuất.

Trong phản ứng kéo dài mạch, chẳng hạn, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat và chất kéo dài mạch được cho phản ứng bằng cách hòa tan chúng trong dung môi hữu cơ. Như vậy, nhựa polyuretan trong đó tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat là được kéo dài mạch bởi chất kéo dài mạch có thể được sản xuất dưới dạng dung dịch.

Các ví dụ về dung môi hữu cơ bao gồm dung môi hữu cơ được mô tả ở trên, và ưu tiên là, N,N'-dimethylacetamid, N,N-dimethylformamid được sử dụng.

Tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat và chất kéo dài mạch được cho phản ứng trong dung môi hữu cơ theo cách dưới đây. Chẳng hạn, đầu tiên, dung môi được bổ sung vào tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat, và tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được hòa tan để điều chế dung dịch tiền chất polyme. Tiếp theo, chất kéo dài mạch được bổ sung vào dung dịch tiền chất polyme này để kéo dài mạch tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat.

Tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được hòa tan trong dung môi bằng cách bổ sung dần dần dung môi hữu cơ vào tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat có khuấy. Dung môi hữu cơ được bổ sung ở tỷ lệ ưu tiên là 100 đến 900 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat. Cụ thể hơn là, dung môi hữu cơ được bổ

sung sao cho nồng độ tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat là, chẳng hạn, 10 đến 50% khối lượng, ưu tiên là 20 đến 40% khối lượng, ưu tiên hơn là 25 đến 35% khối lượng.

Trong suốt quá trình hòa tan, nhiệt độ của tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được hạ thấp sơ bộ xuống, chẳng hạn, 50°C hoặc thấp hơn, hoặc ưu tiên là 40°C hoặc thấp hơn.

Tiếp theo, chất kéo dài mạch được bổ sung vào dung dịch tiền chất polyme sao cho tạo ra tỷ lệ được nêu ở trên. Khi thành phần polyamin được sử dụng làm chất kéo dài mạch, thành phần polyamin được bổ sung ở nhiệt độ là ưu tiên là 20°C hoặc thấp hơn, và sau khi hoàn thành bổ sung, hỗn hợp được khuấy thêm để hoàn thành phản ứng ở nhiệt độ là, chẳng hạn, 25 đến 80°C. Mặt khác, khi polyol trọng lượng phân tử thấp được sử dụng làm chất kéo dài mạch, chất kéo dài mạch được bổ sung từng giọt ở nhiệt độ là ưu tiên là 40 đến 90°C, và phản ứng được hoàn thành trong khoảng nhiệt độ này. Chất kéo dài mạch có thể cũng được bổ sung là dung dịch chất kéo dài mạch là dung môi. Hơn nữa, khi polyol trọng lượng phân tử thấp được sử dụng chất kéo dài mạch là chất xúc tác uretan hóa được mô tả ở trên có thể được sử dụng. Trong trường hợp này, chất xúc tác uretan hóa có thể cũng được sử dụng bằng hòa tan chất xúc tác uretan hóa trong dung môi.

Trong khi đó, trong phương pháp sản xuất sợi đàn hồi bằng đúc với xe nóng chảy, elastome uretan dẻo nhiệt (TPU) được mô tả ở trên có thể được sử dụng. Các ví dụ về polyol trọng lượng phân tử cao bao gồm polytetrametylen ete glycol, không kết tinh polytetrametylen ete glycol có mạch bên là, chẳng hạn, nhóm metyl, polytrimetyleneteglycol, và polyetylen glycol.

Trọng lượng phân tử trung bình theo số ưu tiên là 600 đến 5000, ưu tiên hơn nữa là 800 đến 4000, ưu tiên nhất là khoảng 1000 đến 2500.

TPU trong đơn này ưu tiên là được sản xuất bằng quy trình tiền chất polyme, và các thành phần được phối trộn và được cho phản ứng sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) được mô tả ở trên của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat là, chẳng hạn, 1,1 đến 5, ưu tiên là 1,3 đến 4,5, ưu tiên hơn nữa là 1,3 đến 4, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme có đầu

cuối là nhóm isoxyanat.

Sau đó, phản ứng kéo dài mạch được thực hiện. Đối với glycol trọng lượng phân tử thấp trong trường hợp này, etylen glycol, 1,3-propandiol, và 1,4-butandiol là được ưu tiên.

Độ cứng (A) ưu tiên là khoảng 70 đến 95, ưu tiên hơn nữa là khoảng 80 đến 93.

TPU được sản xuất bằng cách cho, chẳng hạn, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat, mà được sản xuất bằng cách cho 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan của sáng chế phản ứng với polyol trọng lượng phân tử cao là polyetylen glycol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000 sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) là 4, phản ứng với chất kéo dài mạch là 1,4-butandiol sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/nhóm hydro hoạt tính) là 1,05 có khả năng thấm ẩm, và đồng thời vì xu hướng của nó đối với sự định hướng theo hướng kéo dài một trục, TPU được sản xuất như vậy có ứng suất được tăng lên đáng kể theo hướng đó. Do đó, TPU có thể thích hợp được sử dụng trong các nguyên liệu khác nhau để đúc như là xe nóng chảy trong đó dòng giãn dài một trục xuất hiện, đúc màng, và đúc thổi.

Để sợi được sản xuất như vậy, chẳng hạn, polyeste, và sợi nylon có thể được trộn để tạo ra vải dệt có tính đàn hồi và kết cấu tuyệt vời. Chẳng hạn, trong vải dệt, 1 đến 60% ưu tiên là sợi polyuretan, và ưu tiên hơn nữa là, khoảng từ 2 đến 40% là sợi polyuretan.

Nhựa polyuretan được sản xuất như vậy có trọng lượng phân tử trung bình theo số (trọng lượng phân tử trung bình theo số được xác định bởi GPC sử dụng đường cong định cỡ chuẩn polystyren) là, chẳng hạn, 40.000 đến 300.000, ưu tiên là 50.000 đến 250.000.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan để đúc đàn hồi, hợp chất chứa nhóm sulfonamit có nhóm sulfonamit là ưu tiên được chứa theo các mục đích và các ứng dụng.

Việc chứa hợp chất chứa nhóm sulfonamit cho phép nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan để đúc đàn hồi có tính ổn định nhiệt được cải thiện.

Do đó, khi nhựa polyuretan để đúc đàn hồi được sử dụng cho các vật dụng đúc đàn hồi được đưa đi xử lý nhiệt (ví dụ, xử lý sấy), chẳng hạn, các sợi đàn hồi như là quần áo và tất, việc chứa hợp chất nhóm sulfonamit trong nhựa polyuretan để đúc đàn hồi có thể tạo ra các sợi, các tấm đàn hồi, hoặc tương tự mà có tính ổn định nhiệt tuyệt vời.

Các ví dụ về hợp chất chứa nhóm sulfonamit bao gồm hợp chất chứa nhóm sulfonamit được nêu ở trên là chất làm ổn định, như là các sulfonamit thơm và các sulfonamit béo.

Các hợp chất chứa nhóm sulfonamit này có thể được sử dụng đơn hoặc kết hợp hai hoặc nhiều loại. Trong số chúng, các sulfonamit thơm là được ưu tiên, hoặc o-toluen sulfonamit, p-toluen sulfonamit, và các hỗn hợp của chúng là được ưu tiên hơn.

Khi nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan để đúc đàn hồi, và khi nhựa polyuretan của sáng chế chứa hợp chất chứa nhóm sulfonamit, hàm lượng của hợp chất chứa nhóm sulfonamit cho nhựa polyuretan là nằm trong khoảng, chẳng hạn, ưu tiên là 1 tới 10000ppm, ưu tiên hơn là 10 đến 8000ppm, và ưu tiên hơn nữa là 100 đến 3000ppm trên cơ sở khối lượng.

Để chứa hợp chất chứa nhóm sulfonamit trong nhựa polyuretan, chẳng hạn, hợp chất chứa nhóm sulfonamit có thể được phối trộn với thành phần polyisoxyanat hoặc thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, hoặc được bổ sung vào dung dịch tiền chất polyme, dù không bị giới hạn ở đó.

Đồng thời, khi nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan để đúc đàn hồi, thêm nữa, các chất phụ gia đã biết như là chất dẻo hóa, tác nhân chống đóng khối, chất làm ổn định chịu nhiệt, chất làm ổn định chịu ánh sáng, tác nhân ngăn chặn hóa vàng NOx, và tác nhân tháo; hoặc thêm nữa, chất màu, thuốc nhuộm, chất bôi trơn, chất độn, và chất ức chế sự thủy phân có thể tùy ý được bổ sung. Các chất phụ gia này có thể được bổ sung trong khi tổng hợp mỗi thành phần hoặc có thể được bổ sung trong khi trộn và hòa tan các thành phần, và thêm nữa chúng có thể cũng được bổ sung sau khi tách/sấy nhựa polyuretan.

Các ví dụ về chất làm ổn định chịu nhiệt bao gồm các chất chống oxy hóa được mô tả ở trên, và hỗn hợp của polyuretan được sản xuất bằng phản ứng của t-butylidietanol amin với metylen-bis-(4-xyclohexylisoxyanat), và polyme của p-cresol và divinylbenzen.

Các ví dụ về tác nhân ngăn chặn hóa vàng NOx bao gồm tác nhân ngăn chặn hóa vàng NOx được mô tả ở trên.

Theo nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan để đúc đàn hồi, có thể ngăn chặn sự suy biến cường độ cơ học và ứng lực dư chịu tác động của biến dạng vòng, để cải thiện các đặc tính nhiệt, độ bền kéo ở chỗ gãy, độ giãn dài ở chỗ gãy, và sự triển khai độ cứng vững, và thêm nữa để cải thiện tính chống hóa vàng.

Do đó, thậm chí ở biến dạng vòng, vật dụng được đúc của sáng chế là ít bị tổn thương do sự suy biến cường độ cơ học và khó gây ra ứng lực dư. Nó cũng có các đặc tính nhiệt, độ bền kéo ở chỗ gãy, độ giãn dài ở chỗ gãy, và triển khai độ cứng vững tuyệt vời, và thêm nữa có độ bền và tính chống hóa vàng tuyệt vời.

Do đó, vật dụng được đúc của sáng chế là hữu ích cho các vật dụng đúc đàn hồi (spandex) khác nhau cần đặc điểm đàn hồi, như là các sợi đàn hồi được sử dụng cho các nguyên liệu dệt khác nhau gồm tất, tất quần, vải dệt kim vòng, vải đan, đồ bơi, quần trượt tuyết, quần áo lao động, quần áo chống lửa, quần áo thường, quần chơi gôn, quần áo lót điều chỉnh, quần áo chống nước, áo lót, đai, và găng tay; các màng đàn hồi được sử dụng làm màng bọc thực phẩm; và các vật liệu đóng kín để ngăn chặn rò rỉ của các sản phẩm về sinh gồm có tã lót dùng một lần, các vật liệu bảo vệ dùng cho các vật liệu chống nước, môi nhân tạo, hoa nhân tạo, các vật liệu cách điện, vải lau, bộ làm sạch phần sao chụp, và các phần đệm.

Khi sử dụng nhựa polyuretan của sáng chế làm sợi đàn hồi, các sợi đàn hồi có thể được sản xuất bằng phương pháp xe đã biết như là xe nóng chảy, xe khô, và xe ướt.

Khi các sợi đàn hồi được sản xuất bằng phương pháp xe nóng chảy, các

điều kiện xe cụ thể là như sau. Chẳng hạn, nhiệt độ xe là nằm trong khoảng 160 đến 250°C, và tốc độ xe được điều chỉnh sao cho để tạo ra 10 đến 100-denier (độ dày sợi). Sau đó, các sợi đàn hồi được xe được sử dụng ở trạng thái là, chẳng hạn, sợi bọc hoặc sợi trần.

Mặt khác, khi được sử dụng cho các màng đàn hồi, nhựa polyuretan của sáng chế có thể được tạo ra bằng phương pháp đã biết như là đổ khuôn dung môi hoặc đổ khuôn khuôn hình chữ T, hoặc thổi phồng.

Khi màng đàn hồi được tạo ra bằng phương pháp đổ khuôn khuôn hình chữ T và phương pháp thổi phồng, các điều kiện tạo màng cụ thể là như sau. Chẳng hạn, nhiệt độ khuôn là nằm trong khoảng 160 đến 230°C, và tốc độ cuộn được điều chỉnh để tạo ra độ dày màng là 20 đến 100µm. Ngoài ra, khi tấm đàn hồi được tạo ra, bề rộng mép khuôn và tốc độ cuộn được điều chỉnh. Như vậy, vật dụng đúc (tấm đàn hồi) có độ dày vượt quá 100µm có thể được sản xuất.

Nhựa polyuretan của sáng chế không giới hạn ở các vật dụng đúc đàn hồi được nêu ở trên, và có thể được sử dụng cho các ứng dụng khác nhau như là vải không dệt được sản xuất bằng phương pháp gồm tạo liên kết xe và tạo màng khí nóng chảy; các loại sơn; và vật liệu thô của các loại chất dính được sản xuất bằng phương pháp gồm có phương pháp nóng chảy.

Tiếp theo, trường hợp sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan dùng cho đúc phun phản ứng (RIM- reaction injection molding) sẽ được giải thích.

Nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan dùng cho RIM có thể được sản xuất bằng phản ứng của thành phần polyisoxyanat được mô tả ở trên với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được mô tả ở trên.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan dùng cho RIM, thành phần polyisoxyanat bao gồm 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên và/hoặc chế phẩm polyisoxyanat được mô tả ở trên, và ưu tiên là, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được mô tả ở trên được sử dụng đơn.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan dùng cho

RIM, đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, chẳng hạn, thành phần polyol được mô tả ở trên được sử dụng.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, ưu tiên là, polyol trọng lượng phân tử cao, ưu tiên hơn là, polyete polyol được sử dụng.

Đối với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, nếu cần, chẳng hạn, polyol trọng lượng phân tử thấp được mô tả ở trên, thành phần polythiol, thành phần polyamin, monol và/hoặc monoamin có thể cũng được sử dụng kết hợp.

Khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là nhựa polyuretan dùng cho RIM, nhựa polyuretan có thể được đúc với thiết bị đúc phun phản ứng đã biết. Thiết bị đúc phun phản ứng đã biết là thiết bị được trang bị có ít nhất (1) bồn cung cấp thứ nhất để cung cấp thành phần polyisoxyanat, (2) bồn cung cấp thứ hai để cung cấp thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, (3) đầu trộn để trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính để phun hỗn hợp vào khuôn đúc, và (4) khuôn đúc.

Cụ thể là, đầu tiên, thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được cung cấp lần lượt từ bồn cung cấp thứ nhất (1) và bồn cung cấp thứ hai (2), tới đầu trộn (3). Ở thời điểm này, nhiệt độ nguyên liệu thô của thành phần polyisoxyanat được điều chỉnh tới, chẳng hạn, 35 đến 55°C. Mặt khác, nhiệt độ nguyên liệu thô của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính cũng được điều chỉnh tới, chẳng hạn, 35 đến 55°C. Trong khi trộn, chỉ số (INDEX), mà được đại diện bởi tỷ lệ mol của nhóm isoxyanat trong thành phần polyisoxyanat tính theo nhóm hydro hoạt tính trong thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính theo phần trăm, là nằm trong khoảng, chẳng hạn, 80 đến 120 và ưu tiên là được thiết lập từ 95 đến 105.

Sau đó, thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được trộn có khuấy trong đầu trộn (3), và hỗn hợp được phun vào khuôn đúc (4) ở tốc độ phun là, chẳng hạn, 200 đến 2500 g/giây. Khuôn đúc (4) được tạo áo sơ bộ với áp suất là, chẳng hạn, 10 đến 30MPa (áp suất áp kế) và được gia nhiệt tới nhiệt độ là 60 đến 80°C. Thêm nữa, nếu cần, tác nhân tháo như là nhũ tương sáp chứa nước được phủ lên bề mặt đúc của khuôn đúc (4) để cải thiện khả năng tháo khuôn đúc của vật dụng đúc.

Sau đó, thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính được phun vào khuôn đúc (4), và sau đó, cả hai thành phần được đưa đi polyme hóa trong khuôn đúc (4), chẳng hạn, trong 1 tới 3 phút. Tiếp theo, khuôn đúc (4) được làm nguội tới nhiệt độ trong phòng và áp suất trong đó được giảm tới áp suất bình thường, và vật dụng đúc phun phản ứng thu được được tháo khỏi khuôn đúc (4) để thu được vật dụng đúc phun phản ứng.

Đồng thời, khi nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan dùng cho RIM, thêm nữa, các chất phụ gia đã biết như là chất xúc tác uretan hóa được nêu ở trên (chất xúc tác uretan hóa được sử dụng khi sản xuất nhựa polyuretan của sáng chế là elastome), chất làm ổn định chịu ánh sáng (chất hấp thụ tia tử ngoại), chất chống oxy hóa (chất làm ổn định chịu nhiệt), hoặc chất làm ổn định đa chức có thể tùy ý được phối trộn ở tỷ lệ thích hợp. Các chất phụ gia này được bổ sung sơ bộ vào thành phần polyisoxyanat và/hoặc thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính. Ưu tiên là, các chất phụ gia này được bổ sung sơ bộ vào thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Các ví dụ về chất xúc tác uretan hóa bao gồm các chất xúc tác được nêu ở trên. Trong số chúng, hợp chất hữu cơ kim loại được ưu tiên, và dibutyl thiocarbonate là được ưu tiên hơn. Lượng của chất xúc tác uretan hóa được bổ sung là nằm trong khoảng, chẳng hạn, từ 0,1 tới 1,5 phần khối lượng, hoặc ưu tiên là 0,3 đến 1,0 phần khối lượng, tính theo 100 phần khối lượng của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Các ví dụ về chất làm ổn định chịu ánh sáng (chất hấp thụ tia tử ngoại) bao gồm chất làm ổn định chịu ánh sáng được mô tả ở trên (chất làm ổn định chịu ánh sáng trong sản xuất bột polyuretan). Trong số chúng, chất hấp thụ tia tử ngoại dạng benzotriazol và chất hấp thụ tia tử ngoại dạng amin không tự do là được ưu tiên. Chất làm ổn định chịu ánh sáng được bổ sung với lượng là, chẳng hạn, từ 0,1 tới 1,0 phần khối lượng, ưu tiên là 0,3 đến 0,7 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Các ví dụ về chất chống oxy hóa (chất làm ổn định chịu nhiệt) bao gồm chất làm ổn định chịu nhiệt được mô tả ở trên (chất làm ổn định chịu nhiệt trong sản xuất bột polyuretan). Trong số chúng, chất làm ổn định dạng phenol không

tự do là được ưu tiên. Chất chống oxy hóa được bổ sung với lượng là, chẳng hạn, từ 0,1 tới 1,0 phần khối lượng, ưu tiên là 0,3 đến 0,7 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Các ví dụ về chất làm ổn định đa chức bao gồm chất làm ổn định đa chức được mô tả ở trên (chất làm ổn định đa chức trong sản xuất bột polyuretan). Ưu tiên là, hợp chất benzotriazolyl-alkylbisphenol được sử dụng. Chất làm ổn định đa chức được bổ sung với lượng là, chẳng hạn, từ 0,1 tới 1,0 phần khối lượng, ưu tiên là 0,3 đến 0,7 phần khối lượng tính theo 100 phần khối lượng của thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính.

Thêm nữa, phụ thuộc vào các ứng dụng, các chất phụ gia đã biết như là chất kéo dài mạch, tác nhân tạo liên kết ngang, chất màu, chất chống cháy, tác nhân phân tán chất màu (làm trơn tác nhân phân tán), chất làm ổn định bột, hoặc tác nhân chống tạo bọt có thể cũng được phối trộn với hỗn hợp của thành phần polyisoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính ở tỷ lệ thích hợp.

Theo nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan để đúc phun, vật dụng đúc phun phản ứng có khả năng tháo từ khuôn đúc sau khi đúc, độ cứng, các đặc tính nhiệt, và sự khai triển chống rách là tuyệt vời, và thêm nữa có tính chịu thời tiết tuyệt vời có thể được đúc phun với hiệu quả sản xuất cao.

Do đó, vật dụng đúc phun phản ứng của sáng chế có độ cứng, các đặc tính nhiệt, và sự khai triển chống rách tuyệt vời, và thêm nữa có độ bền và tính chịu thời tiết tuyệt vời.

Do đó, nhựa polyuretan của sáng chế được sản xuất là nhựa polyuretan dùng cho đúc phun phản ứng và vật dụng đúc của chúng là hữu ích trong các lĩnh vực khác nhau liên quan đến đúc phun phản ứng, chẳng hạn, các bộ phận trang bị trong vận tải như là thanh chắn bảo hiểm của ô tô, tấm chắn bùn, tấm bọc cửa, và các tấm lắp; các phần nội thất của các cửa hàng, văn phòng, và các phần xây dựng khác; và đồ lắp trong nhà và văn phòng, và đặc biệt là hữu ích cho các lớp da của các vật liệu trang trí nội thất cho trang bị trong vận tải, như là các tấm lắp trong ô tô và các tấm bọc cửa; và các loại vỏ khác nhau như liệt

kê dưới đây, gồm có, các vỏ dùng cho lõi bóng gôn, vật liệu vỏ cho bóng đá, bóng chày, bóng rổ hoặc bóng chuyền, các vỏ núm cần số xe, vỏ chắn của cửa xe, vỏ ốp đèn hậu, vỏ bọc giảm xóc, vỏ hộp điều khiển, dây điện, hoặc vỏ sợi cáp quang, vỏ bàn phím, vỏ các bộ phận âm thanh, vỏ phần tay cầm cho các dụng cụ thể thao như là vợt tenit, vỏ gương cửa, ống, và vòi. Ưu tiên là, các vật dụng đúc có thể thích hợp được sử dụng trong các lĩnh vực công nghiệp khác nhau gồm các ví dụ dưới đây: vật liệu bọc cho các lớp lõi bóng gôn; các vật liệu quang học như là bảng đèn lắp trên xe, thấu kính đèn trước, chụp đèn chiếu sáng trước và sau, phần tử quang học, đĩa quang, EL hữu cơ, và LED; và các bộ phận quang như là phát sáng gồm có biển quảng cáo, sợi quang, vật liệu thay thế thủy tinh, màng trung gian dùng cho thủy tinh được cán mỏng, tấm chắn gió dùng cho máy bay, thành bể nước có kích thước lớn, vật liệu che chắn trong suốt, vật liệu treo, bộ phận trong suốt dùng cho đồ vật tiện ích, các thấu kính quang học như là các thấu kính trong suốt, thấu kính đeo mắt, thấu kính camera, thấu kính lắp rời, thấu kính áp tròng, các thấu kính kính râm, và các thấu kính phân cực; các bộ phận điện tử; các bộ phận ô tô, các bộ phận cơ khí và công nghiệp, dây điện • cáp, con lăn, vòi • ống, đai, màng • tấm, các sản phẩm cán mỏng, vật liệu lát đàn hồi, các vật liệu xây dựng dân dụng và công nghiệp, lớp phủ, chất kết dính, vật liệu hàn, chất hàn dùng cho các vật liệu nền khác nhau của các sản phẩm hàng hải; các vật liệu lõi dùng cho bóng gôn; thể thao và các sản phẩm giải trí như là bóng rổ, bóng mềm, lều, và ủng trượt tuyết; các sản phẩm liên quan đến giày, tạp phẩm, các sản phẩm chăm sóc, các sản phẩm dùng cho nhà, các sản phẩm trong y tế, vật liệu xây dựng, các sản phẩm liên quan đến dân dụng, vật liệu chống nước và các vật liệu lát, bột, bột quánh, bộ phận của robot, trang phụ đàn hồi, sợi đàn hồi, vải không dệt, và hơn nữa, các con lăn liên quan đến sản xuất giấy, sắt thép, máy in, sao chụp, tinh thể lỏng, PDP, EL hữu cơ, các sản phẩm uretan tạo bột hóa học hoặc vật lý, vật liệu tế vi, tấm quang, màng, lưới làm sạch, chổi cao su, và hơn nữa, vật liệu đệm đầu trục, vật liệu tự thu hồi, xe đẩy, vật liệu sàn, tàu cao tốc, tàu thủy, phần đệm động cơ tuyến tính, nguyên liệu hàn, đế, các bộ phận bên trong và bên ngoài giày, đĩa uretan, bảng đệm, cơ cấu giới hạn mô men xoắn, con lăn bóp, con lăn ép, sản phẩm thể thao, bóng

gôn, bóng rổ, bóng chuyền, và các bộ phận của robot.

Hơn nữa, sáng chế gồm có vật liệu đeo mắt tạo nên từ nhựa polyuretan được mô tả ở trên.

Tức là, thông thường, vật dụng đeo mắt như là kính hiệu chỉnh, kính bảo vệ, kính râm, và kính chắn bảo hộ gồm có thấu kính và khung. Trong vật dụng đeo mắt như vậy, khung được tạo ra, chẳng hạn, từ các vật liệu kim loại như là titan nguyên chất, hợp kim niken titan, nhôm, magie, vàng; vật liệu nhựa tổng hợp như là xenluloit, axetat, và nhựa polyamit; và các vật liệu tự nhiên như là mai rùa.

Trong khi đó, sự cải thiện về các đặc tính cơ học (cường độ cơ học, v.v.) và khả năng làm việc/khả năng gia công là cần thiết đối với vật dụng đeo mắt. Như vậy, việc sử dụng elastome polyuretan mà có các đặc tính cơ học và khả năng làm việc/khả năng gia công tuyệt vời làm vật liệu đeo mắt đã được kiểm tra.

Như vậy, đã có nhu cầu về vật liệu đeo mắt có cường độ cơ học và khả năng làm việc/khả năng gia công tuyệt vời, và khung đeo mắt và thấu kính được sản xuất bằng cách sử dụng vật liệu đeo mắt.

Như vậy, nhựa polyuretan được mô tả ở trên (elastome polyuretan dẻo nhiệt (TPU)) có thể được sử dụng là, vật liệu đeo mắt. Cụ thể hơn là, khung đeo mắt, cụ thể hơn là, mỗi phần của khung đeo mắt như là các phần đệm mũi, phần gài tai (phần đệm tai), gọng (phần treo), vành (bao quanh thấu kính), cầu nối (phần nối vành), đầu nối gọng vào vành (hai phần đầu), khớp nối (nối đầu nối gọng vào vành và gọng) của vật dụng đeo mắt có thể được sản xuất sử dụng nhựa polyuretan được mô tả ở trên (elastome polyuretan dẻo nhiệt (TPU)). Hơn nữa, khung đeo mắt gồm có tất cả các phần được mô tả ở trên có thể cũng được đúc liền khối.

Khung đeo mắt như vậy có thể được sản xuất bằng tạo viên cho vật liệu đeo mắt (elastome polyuretan dẻo nhiệt (TPU) được mô tả ở trên), và đúc vật liệu đeo mắt thành hình dạng khung mong muốn bằng phương pháp đúc đã biết như là đúc ép đùn và đúc phun.

Đối với khung đeo mắt đúc, nếu cần, cùng với vật liệu đeo mắt được mô

tả ở trên, nhựa dẻo nhiệt khác có thể được sử dụng.

Các ví dụ về nhựa dẻo nhiệt khác bao gồm polyamit dẻo nhiệt được mô tả trong Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản chưa thẩm định (Bản dịch đơn PCT) số 2010-534256, nhựa được phối trộn của polyete-imit và polyphenylen ete sulfon được mô tả trong Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản chưa thẩm định (Bản dịch đơn PCT) số 2010-532815, và nhựa polymethylpenten là các sản phẩm có bán trên thị trường (tên thương mại TPX series (được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.), v.v.), copolyme olefin vòng (tên thương mại Apel series (được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.), v.v.), và polyimit dẻo nhiệt (tên thương mại Aurum series (được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.), v.v.).

Khi nhựa dẻo nhiệt khác này được sử dụng, chẳng hạn, vật liệu đeo mắt chứa nhựa polyuretan được mô tả ở trên, và nhựa dẻo nhiệt khác (ví dụ, dẻo nhiệt polyamit, v.v.) được đúc phun đồng thời, nhờ đó đúc khung đeo mắt composit.

Khi vật liệu đeo mắt được mô tả ở trên được sử dụng kết hợp với nhựa dẻo nhiệt khác, chẳng hạn, 20% khối lượng hoặc nhiều hơn, ưu tiên là 50% khối lượng hoặc nhiều hơn, và 90% khối lượng hoặc ít hơn, ưu tiên là 70% khối lượng hoặc ít hơn của vật liệu đeo mắt được mô tả ở trên được phối trộn tính theo tổng vật liệu đeo mắt và nhựa dẻo nhiệt khác.

Hơn nữa, chẳng hạn, phần vật dụng đeo mắt cụ thể được tạo ra bằng cách sử dụng vật liệu đeo mắt được mô tả ở trên, và các phần vật dụng đeo mắt khác được tạo ra bằng cách sử dụng nhựa dẻo nhiệt khác.

Cụ thể hơn là, khung đeo mắt có thể được sản xuất từ các nhựa bằng cách sử dụng vật liệu đeo mắt được mô tả ở trên, chẳng hạn, cho các phần đệm mũi và phần gài vào tai (các phần đệm tai), và hơn nữa, sử dụng các nhựa dẻo nhiệt khác (ví dụ, polyamit dẻo nhiệt, v.v.) cho phần gọng (phần treo), vành (phần bao quanh thấu kính).

Khung đeo mắt có thể được phủ với tác nhân phủ như là tác nhân phủ gốc polyuretan xét về vẻ bề ngoài và các đặc điểm chịu dung môi và thiết kế.

Hơn nữa, vật liệu đeo mắt tạo nên từ nhựa polyuretan của sáng chế có

thể cũng thích hợp sử dụng cho thấu kính đeo mắt (thấu kính plastic). Các ví dụ về vật liệu đeo mắt được sử dụng cho các thấu kính bao gồm, cụ thể hơn là, nhựa polyuretan quang được mô tả ở trên.

Thấu kính được sản xuất từ nhựa polyuretan quang được mô tả ở trên có vẻ bề ngoài (trong suốt), và đồng thời độ khúc xạ, các đặc tính cơ học (độ bền kéo), và độ bền tuyệt vời.

Thấu kính như vậy được gắn (được lắp) vào khung đeo mắt, nhờ đó tạo ra vật dụng đeo mắt.

Khung đeo mắt có thể là khung đeo mắt của sáng chế được mô tả ở trên, hoặc có thể là khung đeo mắt đã biết khác. Ưu tiên là, thấu kính được gắn (được lắp) vào khung đeo mắt của sáng chế được mô tả ở trên.

Thấu kính được mô tả ở trên, nếu cần, lớp phủ được cán mỏng lên một phía hoặc cả hai phía của chúng. Các ví dụ về lớp phủ bao gồm, chẳng hạn, lớp lót, lớp phủ cứng, lớp phủ chống phản xạ, lớp phủ chống mờ, lớp chống bám bẩn, và lớp chống đọng nước. Các lớp phủ này có thể được cán mỏng lên thấu kính đơn, hoặc có thể được cán mỏng lên thấu kính theo nhiều lớp.

Khi nhiều lớp phủ được tạo ra, hoặc khi lớp phủ được cán mỏng trên cả hai phía của thấu kính, các lớp phủ có thể là giống nhau hoặc khác nhau.

Khung đeo mắt, thấu kính, và vật dụng đeo mắt như vậy được sản xuất từ vật liệu đeo mắt chứa nhựa polyuretan được mô tả ở trên, và do đó có khả năng làm việc/khả năng gia công, cường độ cơ học tuyệt vời, và hơn nữa các đặc tính quang học, và các đặc tính chịu NO_x (các đặc tính chịu ánh sáng, tính chịu nhiệt).

Do đó, vật dụng đeo mắt được mô tả ở trên thích hợp được sử dụng cho kính hiệu chỉnh, kính bảo vệ, kính râm, và kính chắn bảo hộ: cụ thể hơn là, vật dụng đeo mắt dùng cho thể thao; vật dụng đeo mắt có các chức năng chống mờ được sử dụng ở nơi có nhiệt độ cao và độ ẩm cao như là phòng tắm và phòng tắm hơi; thiết bị điện tử gắn vật dụng đeo mắt có các chức năng âm nhạc và hình ảnh được phân phát; vật dụng đeo mắt gắn thấu kính điện tử có các chức năng tinh thể lỏng; và hơn nữa, vật dụng đeo mắt dùng cho các chức năng mạng, vật dụng đeo mắt dùng cho các chức năng chăm sóc bảo vệ phần hoa, vật dụng

đeo mắt dùng cho bệnh cận thị, viễn thị, và mắt bị lão hóa; vật dụng đeo mắt để bảo vệ chống lại bệnh đục nhân mắt và bệnh tăng nhãn áp; và vật dụng đeo mắt chứa nước hoa làm thư giãn tinh thần.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Trong phần dưới đây, sáng chế được mô tả dựa vào các ví dụ và các ví dụ so sánh, sáng chế không bị giới hạn vào bất kỳ phần nào trong số đó. Trong phần mô tả dưới đây, các đơn vị "(các) phần" và "%" là theo khối lượng, trừ phi được chỉ rõ. Các giá trị số được thể hiện trong các ví dụ dưới đây có thể được trao đổi với các giá trị số tương ứng được thể hiện trong các phương án (tức là, giá trị giới hạn trên hoặc giá trị giới hạn dưới).

Điều chế 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan

Ví dụ sản xuất 1 (Điều chế 1,4-BAC (A))

Bước hydro hóa nhân của axit terephtalic

Thiết bị phản ứng làm bằng thép không gỉ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, và ống cấp khí vào được nạp 100 phần khối lượng axit terephtalic, 3,8 phần khối lượng chất xúc tác (được sản xuất bởi NEChemcat Corporation, 5%Pd/C), và 560 phần khối lượng nước. Sau khi bên trong của thiết bị phản ứng được thay thế bằng hydro, hỗn hợp được gia nhiệt tới 150°C ở áp suất bình thường trong khi khuấy ở 400rpm.

Việc cấp hydro được bắt đầu từng đợt khi nhiệt độ đạt tới 150°C sao cho áp suất là 4MPa (áp suất áp kế), và hỗn hợp được cho phép phản ứng trong thời gian 5,5 giờ.

Sau khi hoàn thành phản ứng, nhiệt độ được giảm tới nhiệt độ trong phòng, và huyền phù đặc sản phẩm phản ứng được lấy ra. 3300 phần khối lượng của nước được bổ sung vào huyền phù đặc sản phẩm phản ứng, và hỗn hợp được gia nhiệt tới 90°C để hòa tan sản phẩm. Sau đó, bước lọc được thực hiện để loại bỏ chất xúc tác.

Một phần của phần lọc được thu gom và được đưa đi phân tích sắc ký khí: tỷ lệ chuyển đổi axit terephtalic là 99% hoặc cao hơn, hiệu suất thu hồi của axit 1,4-xyclohexandicarboxylic là 92%, và axit 1,4-xyclohexandicarboxylic có

tỷ lệ chất đồng phân trans là 36% mol.

Bước xyanua hóa

Bình được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống cấp khí vào, đường khí sạch, và phương tiện làm mát khí được nạp 100 phần khối lượng axit 1,4-xyclohexandicarboxylic được sản xuất trong bước hydro hóa nhân được mô tả ở trên, 43 phần khối lượng của N,N'-dimetylimidazolidinon, và 1,26 phần khối lượng của thiếc oxit (II), và hỗn hợp được gia nhiệt tới 170°C. Sau đó, khí amoniac được cho chảy ở 0,58 mol/giờ (tính theo axit 1,4-xyclohexandicarboxylic) trong khi khuấy ở 500rpm, và nhiệt độ được tăng lên tới 280°C. Nhiệt độ được giữ không đổi và phản ứng được thực hiện trong 14 giờ. Sau khi hoàn thành phản ứng, làm mát được thực hiện đến 150°C, và lọc nóng được thực hiện để loại bỏ các chất rắn. Phần lọc được phân tích, và thấy rằng tỷ lệ chuyển đổi của axit 1,4-xyclohexandicarboxylic là 100%, hiệu suất thu hồi 1,4-dixyanoxyclohexan là 90,2%, 1,4-dixyanoxyclohexan có tỷ lệ chất đồng phân trans là 52% mol, và nồng độ N,N'-dimetylimidazolidinon là 6,9% khối lượng.

Bước tách thành phần có điểm sôi cao

Bình được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, các đường khí sạch, và phương tiện làm mát khí được nạp phần lọc chứa 1,4-dixyanoxyclohexan được sản xuất trong bước xyanua hóa được mô tả ở trên, và được gia nhiệt ở áp suất 4kPa, nhiệt độ chất làm lạnh của phương tiện làm mát (nhiệt độ đỉnh cột) là 140°C, và nhiệt độ bên trong bình (nhiệt độ đáy cột) là từ 190 đến 230°C. Phần ngưng trong phương tiện làm mát khí được chưng cất tới 90% khối lượng tính theo lượng được nạp, nhờ đó sản xuất phần chưng cất. Phần chưng cất được phân tích, và thấy rằng hiệu suất thu hồi 1,4-dixyanoxyclohexan là 94,9% tính theo lượng được nạp, và 1,4-dixyanoxyclohexan có tỷ lệ chất đồng phân trans là 54% mol. Nồng độ 1,4-dixyanoxyclohexan ở đáy bồn là 43,4% khối lượng, và tỷ lệ chất đồng phân trans của nó là 38% mol.

Bước aminometyl hóa

Thiết bị phản ứng làm bằng thép không gỉ được trang bị bộ khuấy, nhiệt

kế, và ống cấp khí vào có van điều hòa áp suất được nạp 100 phần khối lượng 1,4-dixyanoxyclohexan (tỷ lệ chất đồng phân trans 54% mol) được sản xuất trong bước tách thành phần có điểm sôi cao được mô tả ở trên, 1,0 phần khối lượng của chất xúc tác (Raney coban chứa mangan được sản xuất bởi Kawaken Fine Chemicals Co., Ltd.), 98 phần khối lượng của nước amoniac 28% khối lượng, và 125 phần khối lượng của 1-butanol. Sau khi bên trong của thiết bị phản ứng được thay thế bằng hydro, hỗn hợp được gia nhiệt tới 120°C trong khi khuấy ở 400rpm. Việc cấp hydro được bắt đầu liên tục khi nhiệt độ đạt tới 120°C sao cho áp suất là 3,5MPa (áp suất áp kế), và hỗn hợp được cho phản ứng đến khi không có hấp thụ hydro.

Sau khi hoàn thành phản ứng, nhiệt độ được giảm tới nhiệt độ trong phòng, và chất lỏng sản phẩm phản ứng được lấy ra. Bước lọc được thực hiện để loại bỏ chất xúc tác, nhờ đó sản xuất 1,4-BAC (A). Trong 1,4-BAC (A), hiệu suất thu hồi 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan là 93%, và tỷ lệ chất đồng phân trans của nó là 54% mol.

Ví dụ sản xuất 2 (Điều chế 1,4-BAC (B))

Bước đồng phân hóa

Thiết bị phản ứng làm bằng thép không gỉ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, và ống cấp khí vào được nạp 100 phần khối lượng của 1,4-BAC (A) được sản xuất trong ví dụ sản xuất 1 (tỷ lệ chất đồng phân trans 54% mol), 1,6 phần khối lượng của chất xúc tác (5% khối lượng ruteni/alumin được sản xuất bởi N.E.Chemcat), và 100 phần khối lượng của heptan. Sau khi bên trong của thiết bị phản ứng được thay thế bằng hydro, áp suất toàn phần được đưa trở lại 5MPa (áp suất áp kế) bằng hydro, và hỗn hợp được gia nhiệt tới 210°C và được cho phản ứng trong 3 giờ trong khi khuấy ở 400rpm.

Sau khi hoàn thành phản ứng, nhiệt độ được giảm tới nhiệt độ trong phòng, và chất lỏng sản phẩm phản ứng được lấy ra. Bước lọc được thực hiện để loại bỏ chất xúc tác.

Phần lọc được phân tích, và thấy rằng hiệu suất thu hồi của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan là 92%, và tỷ lệ chất đồng phân trans của nó là 79% mol. Cũng thấy rằng 0,53% khối lượng (tỷ lệ diện tích bởi sắc ký khí) của 3-

azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan được chứa là các sản phẩm phụ. Các điều kiện phân tích được mô tả dưới đây (áp dụng tương tự trong phần dưới đây).

Từ phần lọc được sản xuất, dung môi heptan được loại bỏ bằng bay hơi đơn trong chân không. Sau đó, chất lỏng sản phẩm phản ứng từ đó dung môi được loại bỏ được bổ sung vào bình bốn cổ mà cột nhồi (chất độn: HELI PACK, số lượng các đĩa theo lý thuyết: 5 tầng) được bố trí và chất lỏng sản phẩm phản ứng được tinh cất.

Các điều kiện tinh cất là như sau: áp suất đỉnh cột là 4kPa, áp suất đáy cột là 5kPa, tỷ lệ hồi lưu là 4, nhiệt độ đỉnh cột là từ 135 đến 136°C, và nhiệt độ đáy cột (nhiệt độ bồn) là từ 145 đến 160°C. Phân đoạn có tỷ lệ chưng cất là 0% khối lượng đến 87% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom, nhờ đó sản xuất 1,4-BAC (B). Bằng phân tích sắc ký khí với các điều kiện dưới đây, thấy rằng 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có tỷ lệ chất đồng phân trans là 82% mol, và chứa, tạp chất là, 0,61% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan. Các điều kiện phân tích được mô tả dưới đây (áp dụng tương tự trong phần dưới đây).

Ví dụ sản xuất 3 (Điều chế 1,4-BAC (C))

Thiết bị phản ứng làm bằng thép không gỉ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, và ống cấp khí vào được nạp 100 phần khối lượng của 1,4-BAC (A) được sản xuất trong ví dụ sản xuất 1 (tỷ lệ chất đồng phân trans 54% mol), 1,5 phần khối lượng của chất xúc tác (5% khối lượng ruteni/alumin được sản xuất bởi N.E.Chemcat), và 100 phần khối lượng của xylohexan. Sau khi bên trong của thiết bị phản ứng được thay thế bằng hydro, áp suất toàn phần được đưa trở lại 5MPa (áp suất áp kế) bằng hydro, và hỗn hợp được gia nhiệt tới 210°C và được cho phản ứng trong 2 giờ trong khi khuấy ở 400rpm.

Sau khi hoàn thành phản ứng, nhiệt độ được giảm tới nhiệt độ trong phòng, và chất lỏng sản phẩm phản ứng được lấy ra. Bước lọc được thực hiện để loại bỏ chất xúc tác.

Phần lọc được phân tích, và thấy rằng hiệu suất thu hồi của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan là 93%, và tỷ lệ chất đồng phân trans của nó là 81% mol. Cũng thấy rằng 0,43% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan được chứa là các sản phẩm phụ.

Từ phần lọc được sản xuất, dung môi xyclohexan được loại bỏ bằng bay hơi đơn trong chân không. Sau đó, chất lỏng sản phẩm phản ứng từ đó dung môi được loại bỏ được bổ sung vào bình bốn cổ mà cột nhồi (chất độn: HELI PACK, số lượng các đĩa theo lý thuyết: 5 tầng) được bố trí và chất lỏng sản phẩm phản ứng được tinh cất.

Các điều kiện tinh cất là như sau: áp suất đỉnh cột là 4kPa, áp suất đáy cột là 5kPa, tỷ lệ hồi lưu là 1, nhiệt độ đỉnh cột là từ 135 đến 136°C, và nhiệt độ đáy cột (nhiệt độ bồn) là từ 145 đến 160°C. Phân đoạn có tỷ lệ chung cất từ 0% khối lượng đến 91% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom, nhờ đó sản xuất 1,4-BAC (C). Kết quả phân tích sử dụng sắc ký khí là, thấy rằng 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có tỷ lệ chất đồng phân trans là 82% mol, và chứa, tạp chất là, 0,48% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan.

Ví dụ sản xuất 4 (Điều chế 1,4-BAC (D))

Phản ứng được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ sản xuất 2, ngoại trừ rằng 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có bán trên thị trường (được sản xuất bởi Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., tỷ lệ chất đồng phân trans 40% mol) được sử dụng là một cấu tử, và xyclohexan được sử dụng thay cho heptan.

Chất lỏng sản phẩm phản ứng sau khi bước lọc được phân tích, và thấy rằng hiệu suất thu hồi của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan là 90%, và tỷ lệ chất đồng phân trans của nó là 80% mol. Cũng thấy rằng 1,06% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan được chứa là các sản phẩm phụ.

Từ phần lọc được sản xuất, dung môi xyclohexan được loại bỏ bằng bay hơi đơn trong chân không. Sau đó, chất lỏng sản phẩm phản ứng từ đó dung môi

được loại bỏ được bổ sung vào bình bốn cổ mà cột nhồi (chất độn: HELI PACK, số lượng các đĩa theo lý thuyết: 5 tầng) được bố trí và chất lỏng sản phẩm phản ứng được tinh cất.

Các điều kiện tinh cất là như sau: áp suất đỉnh cột là 4kPa, áp suất đáy cột là 5kPa, tỷ lệ hồi lưu là 4, nhiệt độ đỉnh cột là từ 135 đến 136°C, và nhiệt độ đáy cột (nhiệt độ bồn) là từ 145 đến 160°C. Phân đoạn có tỷ lệ chưng cất là từ 0% khối lượng đến 86% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom, nhờ đó sản xuất 1,4-BAC (D). Kết quả phân tích sử dụng sắc ký khí là, thấy rằng 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có tỷ lệ chất đồng phân trans là 82% mol, và chứa, tạp chất là, 1,23% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan.

Ví dụ sản xuất 5 (Điều chế 1,4-BAC (E))

Phản ứng được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ sản xuất 3, ngoại trừ rằng 5% khối lượng ruteni/alumin được sản xuất bởi Degussa được sử dụng thay cho 5% khối lượng ruteni/alumin được sản xuất bởi N.E.Chemcat.

Chất lỏng sản phẩm phản ứng sau khi bước lọc được phân tích, và thấy rằng hiệu suất thu hồi của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan là 98%, và tỷ lệ chất đồng phân trans của nó là 71% mol. Cũng thấy rằng 0,47% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan được chứa là các sản phẩm phụ.

Từ phần lọc được sản xuất, dung môi xyclohexan được loại bỏ bằng bay hơi đơn trong chân không. Sau đó, chất lỏng sản phẩm phản ứng từ đó dung môi được loại bỏ được bổ sung vào bình bốn cổ mà cột nhồi (chất độn: HELI PACK, số lượng các đĩa theo lý thuyết: 5 tầng) được bố trí và chất lỏng sản phẩm phản ứng được tinh cất.

Các điều kiện tinh cất là như sau: áp suất đỉnh cột là 4kPa, áp suất đáy cột là 5kPa, tỷ lệ hồi lưu là 1, nhiệt độ đỉnh cột là từ 135 đến 136°C, và nhiệt độ đáy cột (nhiệt độ bồn) là từ 145 đến 160°C. Phân đoạn có tỷ lệ chưng cất là từ 0% khối lượng đến 95% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu

gom, nhờ đó sản xuất 1,4-BAC (E). Kết quả phân tích sử dụng sắc ký khí là, thấy rằng 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có tỷ lệ chất đồng phân trans là 72% mol, và chứa, tạp chất là, 0,49% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan.

Ví dụ sản xuất 6 (Điều chế 1,4-BAC (F))

Phản ứng được thực hiện theo cách tương tự như trong ví dụ sản xuất 3, ngoại trừ rằng 1,4-BAC (A) được sản xuất trong ví dụ sản xuất 1 (tỷ lệ chất đồng phân trans 54% mol) được sử dụng là một cấu tử, 0,8 phần khối lượng của 5% khối lượng ruteni/alumin được sử dụng, và thời gian phản ứng được bố trí 3 giờ.

Chất lỏng sản phẩm phản ứng sau khi bước lọc được phân tích, và thấy rằng hiệu suất thu hồi của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan là 89%, và tỷ lệ chất đồng phân trans của nó là 71% mol. Cũng thấy rằng 1,10% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan được chứa là các sản phẩm phụ.

Từ phần lọc được sản xuất, dung môi xyclohexan được loại bỏ bằng bay hơi đơn trong chân không. Sau đó, chất lỏng sản phẩm phản ứng từ đó dung môi được loại bỏ được bổ sung vào bình bốn cổ mà cột nhồi (chất độn: HELI PACK, số lượng các đĩa theo lý thuyết: 5 tầng) được bố trí và chất lỏng sản phẩm phản ứng được tinh cất.

Các điều kiện tinh cất là như sau: áp suất đỉnh cột là 4kPa, áp suất đáy cột là 5kPa, tỷ lệ hồi lưu là 1, nhiệt độ đỉnh cột là từ 135 đến 136°C, và nhiệt độ đáy cột (nhiệt độ bồn) là từ 145 đến 160°C. Phân đoạn có tỷ lệ chưng cất là từ 0% khối lượng đến 84% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom, nhờ đó sản xuất 1,4-BAC (F). Kết quả phân tích sử dụng sắc ký khí là, thấy rằng 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có tỷ lệ chất đồng phân trans là 72% mol, và chứa, tạp chất là, 1,31% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan.

Ví dụ sản xuất 7 (Điều chế 1,4-BAC (G))

Từ phần lọc được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ sản xuất 2, dung môi heptan được loại bỏ bằng bay hơi đơn trong chân không. Sau đó, chất lỏng sản phẩm phản ứng từ đó dung môi được loại bỏ được bổ sung vào bình bốn cổ mà cột nhồi (chất độn: HELI PACK, số lượng các đĩa theo lý thuyết: 25 tầng) được bố trí và chất lỏng sản phẩm phản ứng được tinh cất.

Các điều kiện tinh cất là như sau: áp suất đỉnh cột là 4kPa, áp suất đáy cột là 5kPa, tỷ lệ hồi lưu là 8, nhiệt độ đỉnh cột là từ 135 đến 136°C, và nhiệt độ đáy cột (nhiệt độ bồn) là từ 145 đến 160°C. Phân đoạn có tỷ lệ chưng cất là từ 0% khối lượng đến 77% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom, nhờ đó sản xuất 1,4-BAC (G). Kết quả phân tích sử dụng sắc ký khí là, thấy rằng 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có tỷ lệ chất đồng phân trans là 93% mol, và chứa, tạp chất là, 0,69% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan.

Ví dụ sản xuất 8 (Điều chế 1,4-BAC (H))

Từ phần lọc được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ sản xuất 4, dung môi xyclohexan được loại bỏ bằng bay hơi đơn trong chân không. Sau đó, chất lỏng sản phẩm phản ứng từ đó dung môi được loại bỏ được bổ sung vào bình bốn cổ mà cột nhồi (chất độn: HELI PACK, số lượng các đĩa theo lý thuyết: 25 tầng) được bố trí và chất lỏng sản phẩm phản ứng được tinh cất.

Các điều kiện tinh cất là như sau: áp suất đỉnh cột là 4kPa, áp suất đáy cột là 5kPa, tỷ lệ hồi lưu là 8, nhiệt độ đỉnh cột là từ 135 đến 136°C, và nhiệt độ đáy cột (nhiệt độ bồn) là từ 145 đến 160°C. Phân đoạn có tỷ lệ chưng cất là từ 0% khối lượng đến 77% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom, nhờ đó sản xuất 1,4-BAC (H). Kết quả phân tích sử dụng sắc ký khí là, thấy rằng 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có tỷ lệ chất đồng phân trans là 93% mol, và chứa, tạp chất là, 1,38% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan.

Ví dụ sản xuất 9 (Điều chế 1,4-BAC (I))

Thiết bị phản ứng làm bằng thép không gỉ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, và ống cấp khí vào được nạp 100 phần khối lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có bán trên thị trường (được sản xuất bởi Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., tỷ lệ chất đồng phân trans 40% mol), 1,7 phần khối lượng của chất xúc tác (ruteni hydroxyt (chứa nước, hàm lượng ruteni 13% khối lượng, được điều chế từ sự thủy phân kiềm của ruteni clorua)), và 100 phần khối lượng của xyclohexan. Sau khi bên trong của thiết bị phản ứng được thay thế bằng hydro, áp suất toàn phần được đưa trở lại 5MPa (áp suất áp kế) bằng hydro, và hỗn hợp được gia nhiệt tới 190°C và được cho phản ứng trong 5 giờ trong khi khuấy ở 400rpm.

Sau khi hoàn thành phản ứng, nhiệt độ được giảm tới nhiệt độ trong phòng, và chất lỏng sản phẩm phản ứng được lấy ra. Bước lọc được thực hiện để loại bỏ chất xúc tác.

Phần lọc được phân tích, và thấy rằng hiệu suất thu hồi của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan là 94%, và tỷ lệ chất đồng phân trans của nó là 66% mol. Cũng thấy rằng 0,5% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan được chứa là các sản phẩm phụ.

Từ phần lọc được sản xuất, dung môi xyclohexan được loại bỏ bằng bay hơi đơn trong chân không. Sau đó, chất lỏng sản phẩm phản ứng từ đó dung môi được loại bỏ được bổ sung vào bình bốn cổ mà cột nhồi (chất độn: HELI PACK, số lượng các đĩa theo lý thuyết: 5 tầng) được bố trí và chất lỏng sản phẩm phản ứng được tinh cất.

Các điều kiện tinh cất là như sau: áp suất đỉnh cột là 4kPa, áp suất đáy cột là 5kPa, tỷ lệ hồi lưu là 1, nhiệt độ đỉnh cột là từ 135 đến 136°C, và nhiệt độ đáy cột (nhiệt độ bồn) là từ 145 đến 160°C. Phân đoạn có tỷ lệ chung cất là từ 0% khối lượng đến 88% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom, nhờ đó sản xuất 1,4-BAC (I). Kết quả phân tích sử dụng sắc ký khí là, thấy rằng 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có tỷ lệ chất đồng phân trans là 67% mol, và chứa, tạp chất là, 0,57% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính

theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan.

Ví dụ sản xuất 10 (Điều chế 1,4-BAC (J))

Từ phần lọc được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ sản xuất 2, dung môi heptan được loại bỏ bằng bay hơi đơn trong chân không. Sau đó, chất lỏng sản phẩm phản ứng từ đó dung môi được loại bỏ được bổ sung vào bình bốn cổ mà cột nhồi (chất độn: HELI PACK, số lượng các đĩa theo lý thuyết: 25 tầng) được bố trí và chất lỏng sản phẩm phản ứng được tinh cất.

Các điều kiện tinh cất là như sau: áp suất đỉnh cột là 4kPa, áp suất đáy cột là 5kPa, tỷ lệ hồi lưu là 8, nhiệt độ đỉnh cột là từ 135 đến 136°C, và nhiệt độ đáy cột (nhiệt độ bồn) là từ 145 đến 160°C. Phân đoạn có tỷ lệ chưng cất là từ 0% khối lượng đến 67% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom, nhờ đó sản xuất 1,4-BAC (J). Kết quả phân tích sử dụng sắc ký khí là, thấy rằng 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có tỷ lệ chất đồng phân trans là 97% mol, và chứa, tạp chất là, 0,80% khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan tính theo tổng lượng của 1,4-bis(aminometyl)xyclohexan và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan.

<Các điều kiện phân tích 1 (Phân tích trong các ví dụ sản xuất)>

Các điều kiện phân tích cho phần lọc được sản xuất trong phản ứng đồng phân hóa, tỷ lệ chất đồng phân trans trong 1,4-BAC, và hàm lượng 3-azabixyclo[3.2.2]nonan được thể hiện dưới đây.

Thiết bị phân tích: được sản xuất bởi SHIMADZU CORPORATION GC-2010

Cột: VARIAN CP-SIL 8 CB FOR AMINES (độ dài 30 m × đường kính trong 0,25mm, độ dày màng 0,25µm)

Nhiệt độ phần đưa vào mẫu: 300°C

Nhiệt độ phân phát hiện: 300°C

Mẫu hình cột nhiệt độ: giữ trong 10 phút ở 130°C, nhiệt độ được tăng lên ở 10°C/phút từ 130°C đến 300°C, và giữ ở 300°C trong 6 phút

Áp suất cột: 140kPa

Tỷ lệ chia tách: 50/1

Phương pháp phát hiện: FID

Mẫu: 0,2g dịch phân tích được hòa tan trong 50mL metanol

Tỷ lệ chất đồng phân trans và hàm lượng 3-azabixyclo[3.2.2]nonan được xác định dựa trên công thức dưới đây.

Tỷ lệ chất đồng phân trans (% mol)

= hiệu suất thu hồi chất đồng phân trans/(hiệu suất thu hồi chất đồng phân trans + hiệu suất thu hồi chất đồng phân cis) $\times$ 100

hàm lượng 3-azabixyclo[3.2.2]nonan (% khối lượng)

= diện tích 3-azabixyclo[3.2.2]nonan GC/(diện tích 1,4-BAC GC + diện tích 3-azabixyclo[3.2.2]nonan GC) $\times$ 100

Các điều kiện đồng phân hóa, các điều kiện tinh cất, và các kết quả được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1

Số	Ví dụ sản xuất 1		Ví dụ sản xuất 2	Ví dụ sản xuất 3	Ví dụ sản xuất 4	Ví dụ sản xuất 5	Ví dụ sản xuất 6	Ví dụ sản xuất 7	Ví dụ sản xuất 8	Ví dụ sản xuất 9	Ví dụ sản xuất 10
1,4-BAC	Nguyên liệu amin	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
			1,4-BAC(A)	1,4-BAC(A)	Sản phẩm có bán trên thị trường (t-40)	1,4-BAC(A)	1,4-BAC(A)	1,4-BAC(A)	Sản phẩm có bán trên thị trường (t-40)	Sản phẩm có bán trên thị trường (t-40)	1,4-BAC(A)
			54	54	40	54	54	54	40	40	54
			100	100	100	100	100	100	100	100	100
			3	2	3	2	3	3	3	5	3
			210	210	210	210	210	210	210	190	210
			5	5	5	5	5	5	5	5	5
			Heptan	Xyclohexan	Xyclohexan	Xyclohexan	Xyclohexan	Heptan	Xyclohexan	Xyclohexan	Heptan
			100	100	100	100	100	100	100	100	100
			5% khối lượng Ru/alumin N.E.Chemcat	5% khối lượng Ru/alumin N.E.Chemcat	5% khối lượng Ru/alumin N.E.Chemcat	5% khối lượng Ru/alumin Degussa	5% khối lượng Ru/alumin N.E.Chemcat	5% khối lượng Ru/alumin N.E.Chemcat	5% khối lượng Ru/alumin N.E.Chemcat	Ru(OH) ₃ Sản phẩm điều chế	5% khối lượng Ru/alumin N.E.Chemcat
Các kết quả đồng phân hóa	Chất xúc tác		1,6	1,5	1,6	1,5	0,8	1,6	1,6	1,7	1,6
			92	93	90	98	89	92	90	94	92
			79	81	80	71	71	79	80	66	79
			0,53	0,43	1,06	0,47	1,10	0,53	1,06	0,50	0,53
Các điều kiện tinh cất	Số lượng tăng		5	5	5	5	5	25	25	5	25
			4	1	4	1	1	8	8	1	8
			0-87	0-91	0-86	0-95	0-84	0-77	0-77	0-88	0-67
			82	82	82	72	72	93	93	67	97
Các kết quả tinh cất	Hàm lượng 3-azabixyclo[3.2.2]nonan		0,61	0,48	1,23	0,49	1,31	0,69	1,38	0,57	0,8

Ví dụ phân tích

1,4-bis(aminometyl)xyclohexan có bán trên thị trường (sản phẩm của Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.) được phân tích bằng các điều kiện được mô tả ở trên, và thấy rằng tỷ lệ chất đồng phân trans là 40% mol, và 3-azabixyclo[3.2.2]nonan là ít hơn giới hạn phát hiện (0,03ppm).

Điều chế 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan

Ví dụ 1 (Tổng hợp 1,4-BIC (A))

Thiết bị phản ứng làm bằng thép không gỉ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống cấp nitơ vào, ống cấp khí clo vào, ống cấp phosgen vào, ống xả khí, phương tiện làm mát khí, và van điều hòa áp suất tự động được nạp 55 phần khối lượng của 1,4-BAC (B) được sản xuất trong ví dụ sản xuất 2 và 700 phần khối lượng của orthodiclobenzen. Hỗn hợp được gia nhiệt tới 60°C trong khi khuấy ở 300rpm. Sau đó, khí axit hydrocloric được đưa vào ở tốc độ dòng là 1,0mol/giờ (tính theo 1,4-BAC), với lượng 3,0mol lần lớn hơn tính theo 1,4-BAC. Nước lạnh cho đi qua lớp vỏ bao thiết bị phản ứng, giữ nhiệt độ bên trong ở từ 60 đến 100°C.

Sau đó, 77 phần khối lượng của phosgen được bổ sung vào đó, và áp suất được tăng lên đến 0,2MPa (áp suất áp kế) trong khi gia tăng nhiệt độ dung dịch phản ứng đến 150°C. Hỗn hợp được cho phản ứng trong 6 giờ trong khi bổ sung thêm phosgen ở áp suất 0,2MPa (áp suất áp kế) và ở nhiệt độ phản ứng là 150°C. Lượng của phosgen được bổ sung trong suốt phản ứng là 230 phần khối lượng.

Sau khi hoàn thành phản ứng, khí nitơ được cho đi qua ở nhiệt độ từ 100 đến 150°C, và bước khử khí được thực hiện. Sau đó, sau khi chưng cất dung môi orthodiclobenzen ở áp suất giảm, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan cũng được chưng cất ở áp suất giảm.

Sau đó, 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được chưng cất được đưa vào thiết bị phản ứng được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào, và được gia nhiệt tới 190°C trong 4 giờ ở áp suất bình thường trong khi đưa vào nitơ.

Sau đó, bình mà cột nhồi (chất độn: HELI PACK, số lượng các đĩa theo lý thuyết: 10 tầng) được bố trí được nạp 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan sau khi xử lý nhiệt, và 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được tinh cất.

Các điều kiện tinh cất là như sau: áp suất đỉnh cột là từ 0,3 đến 1,3kPa, tỷ lệ hồi lưu là 1, nhiệt độ đỉnh cột là từ 120 đến 145°C, nhiệt độ đáy cột (nhiệt độ bồn) là 160 đến 170°C, và thời gian lưu trên đáy cột là 4 giờ. Phân đoạn có tỷ lệ chung cất là từ 10% khối lượng đến 95% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom, nhờ đó sản xuất 1,4-BIC (A).

Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (A) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 82% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 15ppm. Các điều kiện phân tích được mô tả dưới đây (điều kiện này áp dụng trong phần dưới đây).

Ví dụ 2 (Tổng hợp 1,4-BIC (B))

1,4-BIC (B) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,4-BAC (C) được điều chế trong ví dụ sản xuất 3 được sử dụng thay cho 1,4-BAC (B), và bước gia nhiệt trước khi tinh cất được thực hiện ở 190°C trong 8 giờ. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (B) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 82% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 0,19ppm.

Ví dụ 3 (Tổng hợp 1,4-BIC (C))

1,4-BIC (C) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,4-BAC (D) được điều chế trong ví dụ sản xuất 4 được sử dụng thay cho 1,4-BAC (B), và bước gia nhiệt trước khi tinh cất được thực hiện ở 190°C trong 2 giờ. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (C) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,7%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 82% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 270ppm.

Ví dụ 4 (Tổng hợp 1,4-BIC (D))

1,4-BIC (D) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,4-BAC (E) được điều chế trong ví dụ sản xuất 5 được sử dụng thay cho 1,4-BAC (B). Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (D) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 72% mol, và nồng

độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 12ppm.

Ví dụ 5 (Tổng hợp 1,4-BIC (E))

1,4-BIC (E) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 4, ngoại trừ rằng bước gia nhiệt trước khi tinh cất được thực hiện ở 190°C trong 8 giờ. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (E) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 72% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 0,15ppm.

Ví dụ 6 (Tổng hợp 1,4-BIC (F))

1,4-BIC (F) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 4, ngoại trừ rằng 1,4-BAC (F) được điều chế trong ví dụ sản xuất 6 được sử dụng thay cho 1,4-BAC (E), và bước gia nhiệt trước khi tinh cất được thực hiện ở 190°C trong 2 giờ. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (F) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,7%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 72% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 250ppm.

Ví dụ 7 (Tổng hợp 1,4-BIC (G))

1,4-BIC (G) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,4-BAC (G) được điều chế trong ví dụ sản xuất 7 được sử dụng thay cho 1,4-BAC (B). Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (G) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,7%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 93% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 20ppm.

Ví dụ 8 (Tổng hợp 1,4-BIC (H))

1,4-BIC (H) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 7, ngoại trừ rằng bước gia nhiệt trước khi tinh cất được thực hiện ở 190°C trong 8 giờ. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (H) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,7%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 93% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 0,22ppm.

Ví dụ 9 (Tổng hợp 1,4-BIC (I))

1,4-BIC (I) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 7, ngoại trừ rằng 1,4-BAC (H) được điều chế trong ví dụ sản xuất 8 được sử dụng thay cho 1,4-BAC (G), và bước gia nhiệt trước khi tinh cất được thực hiện ở 190°C

trong 3 giờ. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (I) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,7%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 93% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 285ppm.

Ví dụ so sánh 1 (Tổng hợp 1,4-BIC (J))

1,4-BIC (J) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ rằng đối với phân đoạn tinh cất 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, phân đoạn có tỷ lệ chung cất là từ 80% khối lượng đến 90% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (J) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 82% mol, và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) không được phát hiện (ít hơn giới hạn phát hiện là 0,03ppm (áp dụng tương tự trong phần dưới đây)).

Ví dụ so sánh 2 (Tổng hợp 1,4-BIC (K))

1,4-BIC (K) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ rằng bước gia nhiệt trước khi tinh cất được thực hiện ở 190°C trong 12 giờ. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (K) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 82% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 0,07ppm.

Ví dụ so sánh 3 (Tổng hợp 1,4-BIC (L))

1,4-BIC (L) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 3, ngoại trừ rằng bước gia nhiệt không được thực hiện trước khi tinh cất. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (L) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 82% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 340ppm.

Ví dụ so sánh 4 (Tổng hợp 1,4-BIC (M))

1,4-BIC (M) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 5, ngoại trừ rằng đối với phân đoạn tinh cất 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, phân đoạn có tỷ lệ chung cất là từ 80% khối lượng đến 90% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (M) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 71%

mol, và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) không được phát hiện.

Ví dụ so sánh 5 (Tổng hợp 1,4-BIC (N))

1,4-BIC (N) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 4, ngoại trừ rằng bước gia nhiệt trước khi tinh cất được thực hiện ở 190°C trong 12 giờ. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (N) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 71% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 0,07ppm.

Ví dụ so sánh 6 (Tổng hợp 1,4-BIC (O))

1,4-BIC (O) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 6, ngoại trừ rằng bước gia nhiệt không được thực hiện trước khi tinh cất. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (O) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 71% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 340ppm.

Ví dụ so sánh 7 (Tổng hợp 1,4-BIC (P))

1,4-BIC (P) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 8, ngoại trừ rằng đối với phân đoạn tinh cất 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, phân đoạn có tỷ lệ chung cất là từ 80% khối lượng đến 90% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (P) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,7%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 93% mol, và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) không được phát hiện.

Ví dụ so sánh 8 (Tổng hợp 1,4-BIC (Q))

1,4-BIC (Q) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 7, ngoại trừ rằng bước gia nhiệt trước khi tinh cất được thực hiện ở 190°C trong 12 giờ. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (Q) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,7%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 93% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 0,07ppm.

Ví dụ so sánh 9 (Tổng hợp 1,4-BIC (R))

1,4-BIC (R) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 7, ngoại

trừ rằng bước gia nhiệt không được thực hiện trước khi tinh cất. Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (R được sản xuất) có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 93% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 380ppm.

Ví dụ so sánh 10 (Tổng hợp 1,4-BIC (S))

1,4-BIC (S) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,4-BAC (I) được điều chế trong ví dụ sản xuất 9 được sử dụng thay cho 1,4-BAC (B). Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (S) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,8%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 67% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 12ppm.

Ví dụ so sánh 11 (Tổng hợp 1,4-BIC (T))

1,4-BIC (T) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,4-BAC (J) được điều chế trong ví dụ sản xuất 10 được sử dụng thay cho 1,4-BAC (B). Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (T) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,5%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 97% mol, và nồng độ hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là 18ppm.

Ví dụ so sánh đối chiếu 1 (Tổng hợp 1,4-BIC (U))

1,4-BIC (U) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ rằng 1,4-bis(aminometyl)cyclohexan có bán trên thị trường (sản phẩm của Tokyo Chemical Industry Co., Ltd., tỷ lệ chất đồng phân trans 40% mol) được sử dụng thay cho 1,4-BAC (B). Phép đo bằng sắc ký khí cho thấy rằng 1,4-BIC (T) được sản xuất có độ tinh khiết là 99,7%, tỷ lệ chất đồng phân trans là 40% mol, và hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) là ít hơn giới hạn phát hiện (0,03ppm).

Các điều kiện phân tích 2 (nhận dạng hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1))

Dựa trên phổ khối lượng CI và phổ khối lượng FD của phân tích GC-MS, và phổ NMR và phép đo hai chiều NMR (Kết nối đa liên kết dị hạt nhân (Hetero- nuclear Multiple-Bond Connectivity: HMBC)) dưới đây, chất chứa trong 1,4-BIC được nhận dạng là hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi

công thức (1).

Cụ thể, đầu tiên, chất chứa trong 1,4-BIC được sản xuất trong ví dụ sản xuất được mô tả ở trên được phân tích dựa trên phổ khối lượng CI và phổ khối lượng FD của phân tích GC-MS, và phổ NMR, và phép đo hai chiều NMR. Các kết quả đo được thể hiện trong các hình vẽ từ FIG.1 tới FIG.4.

Các điều kiện đo phổ khối lượng CI

Thiết bị: Q1000GC K9 (được sản xuất bởi JEOL Ltd.)

Cột: DB-5MS+DG 30m*25mm*0,25 μ m (DG10 m)

Nhiệt độ lò: 40°C (giữ trong 4 phút) $\rightarrow$ nhiệt độ được tăng lên ở 10°C/phút $\rightarrow$ 300°C (giữ trong 10 phút)

Nhiệt độ phun: 300°C, nhiệt độ bề mặt phân chia; 280°C

Chế độ chia tách: 200/1, 20/1

He: 1,0 ml/phút, chế độ ion hóa CI (khí chất phản ứng, isobutan)

Khoảng khối lượng: 60-800

Các điều kiện đo phổ khối lượng FD

Thiết bị: JMS-T 100GC (được sản xuất bởi JEOL Ltd.)

Chế độ ion hóa: Phương pháp FD

Khoảng đo: m/z10 đến 2000

Catôt:-10kV

Dòng điện nguồn phát: 0mA $\rightarrow$ 51,2 mA/phút $\rightarrow$ 42mA

Khoảng thời gian ghi phổ: 0,40 giây

Các điều kiện đo NMR

Thiết bị đo NMR: các dụng cụ cộng hưởng từ AVANCEIII500 (CryoProbe Prodigy) được sản xuất bởi Bruker BioSpin K.K.

Nồng độ mẫu: ca.50 mg/0,6mL

Dung môi đo: CDCl₃

Nhiệt độ đo: 25°C

• ¹H-NMR

Phép đo nhân: ^1H (500MHz)

Chế độ đo: xung đơn

Bề rộng xung: 45° (6,0 μ giây)

Các điểm: 32k

Khoảng quan sát: 20ppm (-5 đến 15ppm)

Thời gian lặp: 7 giây

Tổng số lần: 64

Chức năng cửa sổ: theo số mũ (BF: 0,15Hz)

Gốc dịch chuyển hóa học: CHCl_3 : 7,26ppm

• ^{13}C -NMR

Phép đo nhân: ^{13}C (125MHz)

Chế độ đo: giải ghép dải rộng proton xung đơn

Bề rộng xung: 45°C (5,0 μ giây)

Các điểm: 64k

Khoảng quan sát: 250ppm (-25 đến 225ppm)

Thời gian lặp: 5,5 giây

Tổng số lần: 256

Chức năng cửa sổ: theo luật số mũ (BF: 1,0Hz)

Gốc dịch chuyển hóa học: CDCl_3 : 77,0ppm

NMR hai chiều (Phương pháp HMBC)

Khoảng quan sát: ^1H : 10ppm (0 đến 10ppm)

^{13}C : 140ppm (20 đến 160ppm)

Tổng số lần: 32

Kích thước dữ liệu: $2\text{K} \times 1\text{K}$ (sau khi nạp zero)

Dựa trên FIG.2, đỉnh 187,1 theo khối lượng (35Cl: đồng vị 35) có nguồn gốc từ công thức hóa học (1) và 189,1 theo khối lượng (37Cl: đồng vị 37) và được xác nhận.

Hơn nữa, như được thể hiện trong FIG.3, các dịch chuyển hóa học trong

$^1\text{H-NMR}$ là 3,71ppm và 3,81ppm được gán cho các tín hiệu (các đường đôi) của các proton có nguồn gốc từ metylen ngay sát các nguyên tử N trong vòng hai vòng.

Hơn nữa, như được thể hiện trong FIG.4, dựa trên NMR hai chiều (phương pháp HMBC), thấy rằng có những mối tương quan giữa các dịch chuyển hóa học 3,71ppm và 3,81ppm của $^1\text{H-NMR}$ được mô tả ở trên, và dịch chuyển hóa học là 149,9ppm $^{13}\text{C-NMR}$. Tín hiệu 149,9ppm được gán có nguồn gốc từ cacbon của $-\text{N}(\text{C}=\text{O})-\text{Cl}$.

Hơn nữa, hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) được điều chế trong ví dụ điều chế 1 và 2 dưới đây.

Ví dụ điều chế 1 (điều chế hydroclorua của hợp chất được thể hiện bởi công thức (2) (3-azabixyclo[3.2.2]nonan))

Bình bốn cổ mà cột nhồi (chất độn: HELI PACK, số lượng các đĩa theo lý thuyết: 2 tầng) được bố trí được nạp 900 phần khối lượng (3-azabixyclo[3.2.2]nonan hàm lượng 1,31% khối lượng) 1,4-BAC (F) được điều chế trong ví dụ sản xuất 6 và 2700 phần khối lượng của 1-octanol, và hỗn hợp được tinh cất.

Các điều kiện tinh cất là như sau: áp suất đỉnh cột là từ 4 đến 5torr, nhiệt độ đỉnh cột là từ 75 đến 100°C, và nhiệt độ đáy cột (nhiệt độ bồn) là từ 95 đến 105°C. Phân đoạn có tỷ lệ chưng cất là từ 0% khối lượng đến 27% khối lượng tính theo khối lượng được nạp được thu gom.

Thao tác chiết được thực hiện năm lần sử dụng 550 phần khối lượng của dung dịch nước của axit hydrocloric 1% mol tính theo 800 phần khối lượng của phân đoạn, và tiếp theo sau đó, nước được loại bỏ khỏi pha nước bằng bay hơi với nhiệt độ lớp vỏ bao là 90°C và mức áp suất giảm là 80torr.

Sau đó, phần còn lại trên bay hơi được lọc (giấy lọc: giấy lọc Kiriyaama No4) với 100 phần khối lượng của toluen, và tiếp theo sau đó, sấy được thực hiện trong dòng nitơ, nhờ đó sản xuất 6,5 phần khối lượng của 3-azabixyclo[3.2.2]nonan hydroclorua (hydroclorua của hợp chất có công thức (2)).

Chất rắn 3-azabixyclo[3.2.2]nonan hydroclorua được sản xuất có độ tinh

khuyết là 99,1% (GC % diện tích).

Ví dụ điều chế 2 (Điều chế hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) (carbamoyl clorua của 3-azabicyclo[3.2.2]nonan))

Bình phản ứng được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống cấp khí phosgen vào, khí ống cấp nitơ vào, và đường khí sạch được nạp 3,17 phần khối lượng của 3-azabicyclo[3.2.2]nonan hydroclorua (hydroclorua của hợp chất có công thức (2)) được sản xuất trong ví dụ điều chế 1 và 100 phần khối lượng của toluen.

Sau khi nhiệt độ được tăng lên đến 70°C, 10,5 phần khối lượng của phosgen được cấp ở 7 phần khối lượng/giờ. Sau khi phosgen được cấp, phosgen được loại bỏ ở 70°C trong 3,5 giờ bằng khí nitơ, nhờ đó sản xuất 85 phần khối lượng là khối lượng phản ứng. Khối lượng phản ứng được đưa đi lọc áp suất giảm bằng lọc màng PTFE 0,2µm, nhờ đó loại bỏ các chất rắn không hòa tan.

Toluen được chưng cất khỏi phần lọc ở áp suất giảm, nhờ đó sản xuất 3,2 phần khối lượng của hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) (carbamoyl clorua của 3-azabicyclo[3.2.2]nonan).

Hợp chất được sản xuất có vẻ bề ngoài là chất rắn màu trắng.

Hợp chất được sản xuất trong ví dụ điều chế 2 được mô tả ở trên được đo ở các điều kiện dưới đây bằng phổ ^1H -NMR, phổ ^{13}C -NMR, phổ IR, và phổ GC-MS. Các kết quả đo được thể hiện trong các hình vẽ từ FIG.5 đến FIG.8.

Các điều kiện đo ^1H -NMR

Thiết bị đo NMR: ECX-400P (400MHz) được sản xuất bởi JEOL Ltd.

Nồng độ mẫu: 25mg/0,6mL

Dung môi mẫu: CDCl_3

Quét: 16 lần

Các điều kiện đo ^{13}C -NMR

Thiết bị đo NMR: ECX-400P (400MHz) được sản xuất bởi JEOL Ltd.

Dung môi mẫu: CDCl_3

Nồng độ mẫu: 25mg/0,6mL

Quét: 5000 lần

Chế độ đo: BCM

Các điều kiện đo IR

Thiết bị đo IR: Perkin-Elmer Spectrum One FT-IR Spectrometer

Phương pháp đo: ATR (phương pháp phản xạ)

Khoảng bước sóng: 4000 đến 400cm⁻¹

Công suất phân giải: 4cm⁻¹

Các điều kiện đo GC-MS

Thiết bị: Agilent6890N/5973N MSD

Cột: J&W DB-5MS (0,25mmID × 60m, Màng = 0,25μm)

Khí chất mang: He (chế độ chảy không đổi: 1,5 mL/phút)

Nhiệt độ lò: 80°C (1 phút) → 10°C/phút → 250°C (2 phút) [Tổng = 20 phút]

Phương pháp phun: Phương pháp chia tách (Tỷ lệ chia tách 50: 1)

Nhiệt độ đầu vào phun: 250°C

Nhiệt độ bề mặt phân chia: 280°C

Nhiệt độ nguồn ion: 230°C

Nhiệt độ mạch bốn cực: 150°C

Phương pháp ion hóa: Phương pháp EI (điện áp ion hóa: 70eV)

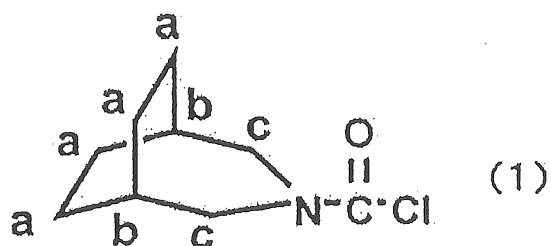
Phương pháp phát hiện: Phương pháp quét (90 đến 500)

Lượng phun: 1.0μL

Các đỉnh trong các phổ thu được được gán. Các kết quả được thể hiện dưới đây.

Đánh giá ¹H-NMR

Các đánh giá về phổ ¹H-NMR được thể hiện trong FIG.5 được thể hiện dưới đây.



a (8H): 1,703 đến 1,603ppm tỷ lệ tổ hợp 8,0029

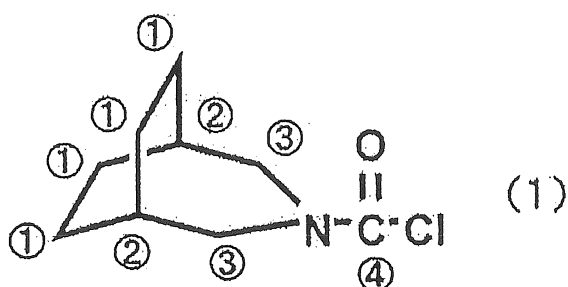
b (2H): 2,013ppm tỷ lệ tổ hợp 1,9222

c (4H): 3,833 đến 3,734ppm tỷ lệ tổ hợp 4

(7,27ppm có nguồn gốc từ clorofom trong CDCl_3)

Đánh giá ^{13}C -NMR

Các đánh giá về phổ ^{13}C -NMR được thể hiện trong FIG.6 được thể hiện dưới đây.



(1): 24,33 đến 24,38ppm

(2): 29,64 đến 29,87ppm

(3): 55,03ppm, 57,53ppm

(4): 150,03ppm

(76,68 đến 77,31ppm là đỉnh có nguồn gốc từ CDCl_3)

Các đánh giá trong phổ IR

Trong phổ IR được thể hiện trong FIG.7, sự hấp thụ của $\nu\text{C} = \text{O}$ được quan sát ở 1718 cm^{-1} . Không có sự hấp thụ (gần 3400 cm^{-1}) của amin bậc hai (NH) được quan sát.

Các đánh giá trong phổ GC-MS

Trong phổ GC-MS được thể hiện trong FIG.8, đỉnh ion phân tử MS là 187 m/z và 189 m/z được quan sát với tỷ lệ cường độ khoảng 3: 1, và đó là tỷ lệ cường độ đặc trưng cho hợp chất chứa clo. Cũng thấy rằng đỉnh là 152 m/z của ion phân tử ion từ đó nhóm chlor được loại bỏ được quan sát.

Từ các kết quả này, chất được chứa trong 1,4-BIC được nhận dạng là hợp chất có cấu tạo là công thức (1) được mô tả ở trên.

Các điều kiện phân tích 3 (độ tinh khiết của 1,4-BIC và phân tích về hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1))

Từ giá trị diện tích của sắc phổ khí thu được bằng các điều kiện phân tích sắc ký khí được thể hiện dưới đây, độ tinh khiết của 1,4-BIC (%) và nồng độ (ppm) của hợp chất được mô tả ở trên được thể hiện bởi công thức (1) được tính toán.

Thiết bị; Q1000GC được sản xuất bởi JEOL Ltd.

Cột; DB-5MS+DG 30m × 0,25mm × 0,25μm (DG10m)

Nhiệt độ lò; giữ trong 4 phút ở 40°C, nhiệt độ được gia tăng ở 10°C/phút từ 40°C đến 300°C, và giữ trong 10 phút ở 300°C

Nhiệt độ đầu vào phun; 300°C

Nhiệt độ bộ phát hiện; 280°C

Khí chất mang; khí heli (1,0 ml/phút)

Chế độ ion hóa; CI (khí chất phản ứng isobutan)

Phương pháp phát hiện; FID

Các điều kiện phân tích 4 (Phân tích về tỷ lệ chất đồng phân trans 1,4-BIC)

Từ giá trị diện tích của sắc phổ khí thu được bằng các điều kiện phân tích sắc ký khí được thể hiện dưới đây, tỷ lệ chất đồng phân trans (% mol) trong 1,4-BIC được tính toán.

Thiết bị; 7890A được sản xuất bởi Agilent Technologies

Cột; Agilent DB-17MS

Nhiệt độ lò; giữ trong 4 phút ở 40°C, nhiệt độ được tăng lên ở 10°C/phút từ 40°C đến 250°C, giữ trong 5 phút ở 250°C

Nhiệt độ đầu vào phun; 300°C

Nhiệt độ bộ phát hiện; 300°C

Khí chất mang; heli

Thời gian lưu của trans-1,4-BIC; 20,18 phút

Thời gian lưu của cis-1,4-BIC; 20,308 phút

Phương pháp phát hiện; FID

<Đánh giá các đặc tính vật lý>

Thử nghiệm tính ổn định lưu trữ

Lượng nhất định của 1,4-BIC được cân và được đặt vào chai mẫu làm bằng thủy tinh, và sau đó chai mẫu làm bằng thủy tinh được nạp nitơ. Tiếp theo, sau khi 1,4-BIC được lưu trữ trong lò có nhiệt độ không đổi 50°C trong 3 tháng, vẻ bề ngoài được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây.

Tuyệt vời; không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng và trở nên hơi trắng.

Các điều kiện gia nhiệt và tinh cất, và các kết quả được thể hiện trong bảng 2.

Bảng 2

Số	Ví dụ 1										Ví dụ 9
	Ví dụ 2										Ví dụ 8
1,4-BAC	Tỷ lệ chất đồng phân trans	B	C	D	E	F	G	G	H		
	Hàm lượng 3-azabicyclo[3.2.2]nonan	82	82	82	72	72	93	93	93		
	% mol										
	% khối lượng	0,61	0,48	1,23	0,49	0,49	1,31	0,69	0,69	1,38	
1,4-BIC	Tỷ lệ chất đồng phân trans	A	B	C	D	E	F	G	H	I	
	Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (1)	82	82	82	72	72	72	93	93	93	
	ppm	15	0,19	270	12	0,15	250	20	0,22	285	
	Thời gian gia nhiệt (190°C)	4	8	2	4	8	2	4	8	3	
	Tính cất tỷ lệ chưng cất	10-95	10-95	10-95	10-95	10-95	10-95	10-95	10-95	10-95	
	Độ tinh khiết	99,8	99,8	99,7	99,8	99,8	99,7	99,7	99,7	99,7	
	Quan sát bằng mắt	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	
		Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3	Ví dụ so sánh 4	Ví dụ so sánh 5	Ví dụ so sánh 6	Ví dụ so sánh 7	Ví dụ so sánh 8	Ví dụ so sánh 9	
Số	B	B	D	E	E	F	G	G	H	I	
	82	82	82	72	72	72	93	93	93	67	
	% mol										
	% khối lượng	0,61	0,61	1,23	0,49	0,49	1,3	0,69	0,69	1,38	
1,4-BAC	J	K	L	M	N	O	P	Q	R	S	
Ví dụ so sánh đối chiếu 1											Chất phản ứng
40											n.d
U											

BIC	Tỷ lệ chất đồng phân trans	82	82	82	72	72	72	93	93	67	97	42
	Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (1)	n.d.	0,07	340	n.d.	0,07	340	n.d.	0,07	12	18	n.d
	Thời gian gia nhiệt (190°C)	4	12	none	8	12	none	8	12	4	4	4
	Tính cất tỷ lệ chưng cất	80-90	10-95	10-95	80-90	10-95	10-95	80-90	10-95	10-95	10-95	10-95
	Độ tinh khiết	99,8	99,8	99,8	99,8	99,8	99,8	99,7	99,7	99,8	99,5	99,7
	Tính ổn định lưu trữ	Kém	Dưới trung bình	Kém	Kém	Dưới trung bình	Kém	Kém	Dưới trung bình	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Kém
	% mol	82	82	82	72	72	72	93	93	93	97	42
	ppm	n.d.	0,07	340	n.d.	0,07	340	n.d.	0,07	12	18	n.d
	Giờ	4	12	none	8	12	none	8	12	4	4	4
	% khối lượng	80-90	10-95	10-95	80-90	10-95	10-95	80-90	10-95	10-95	10-95	10-95

Tổng hợp và đánh giá về elastome polyuretan dẻo nhiệt (TPU)

Ví dụ 10

• Tổng hợp Tiền chất polyme

Bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào được nạp 225,2 phần khối lượng của 1,4-BIC (A), 252,5 phần khối lượng của ETERNACOLL UH-100 (polycacbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 1000 được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.) được khử nước trước ở áp suất giảm, và 494,8 phần khối lượng của ETERNACOLL UH-200 (polycacbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000 được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.), và hỗn hợp được cho phản ứng trong môi trường nitơ ở 80°C đến khi hàm lượng nhóm isoxyanat đạt tới 5,70% khối lượng, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme polyuretan có đầu cuối là nhóm isoxyanat (a1) (được gọi đơn giản là tiền chất polyme (a1) trong phần dưới đây).

• Tổng hợp elastome polyuretan (A1)

Bình chứa bằng thép không gỉ được nạp 900 phần khối lượng của tiền chất polyme (a1) có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 80°C từ trước, 2,66 phần khối lượng của IRGANOX 245 (chất làm ổn định chịu nhiệt được sản xuất bởi BASF), 2,22 phần khối lượng của Tinuvin 234 (chất hấp thụ tia tử ngoại được sản xuất bởi BASF), 1,33 phần khối lượng của Adeka StabLA-72 (HALS được sản xuất bởi ADEKA), và 0,112 phần khối lượng của dung dịch trong đó thiếc octylat (chất xúc tác, tên thương mại: Stanoct, được sản xuất bởi API Corporation) được pha loãng từ trước với diisononyl adipat (được sản xuất bởi J-PLUS Co., Ltd.) tới 4% khối lượng; và hỗn hợp được khuấy và được trộn sử dụng thiết bị phân tán tốc độ cao ở 1000rpm trong thời gian khoảng 2 phút. Sau đó, chất kéo dài mạch là 54,51 phần khối lượng của 1,4-butandiol (1,4-BD) (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 80°C được bổ sung vào đó, và hỗn hợp được khuấy và được trộn sử dụng thiết bị phân tán tốc độ cao ở 1000rpm trong thời gian khoảng 10 phút.

Tiếp theo, hỗn hợp chất lỏng phản ứng được rót vào thùng chứa làm bằng SUS có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 150°C, và phản ứng được thực hiện ở 150°C trong 1 giờ, và sau đó ở 100°C trong 23 giờ, nhờ đó sản xuất

elastome polyuretan (A1).

Sau đó, elastome polyuretan (A1) được lấy ra khỏi thùng chứa, và được già hóa trong 7 ngày ở nhiệt độ không đổi và các điều kiện ẩm gồm nhiệt độ trong phòng là 23°C và độ ẩm tương đối là 55%.

Elastome polyuretan được sản xuất (A1) được cắt thành khối vuông bằng máy cắt khối, và nhựa được cắt thành khối được nghiền bằng máy nghiền. Các viên được nghiền được sấy trong luồng nitơ ở 80°C trong thời gian suốt ngày và đêm. Các dải được ép đùn sử dụng máy ép một trục (kiểu: SZW40-28MG, được sản xuất bởi Technovel Corporation) với nhiệt độ xy lanh nằm trong khoảng 150 đến 245°C, và chúng được cắt, nhờ đó sản xuất các viên elastome polyuretan (A1). Các viên được sản xuất được sấy tiếp trong luồng nitơ ở 80°C trong thời gian suốt ngày và đêm.

Tiếp theo, đúc phun được thực hiện sử dụng máy đúc phun (kiểu: NEX-140, được sản xuất bởi NISSEI PLASTIC INDUSTRIAL CO., LTD.) ở các điều kiện dưới đây thiết lập cho số vòng quay trục vít là 80rpm và nhiệt độ tang trống là từ 150 đến 235°C: nhiệt độ khuôn đúc là 20°C, thời gian phun là 10 giây, tốc độ phun là 60mm/s, và thời gian làm mát là 45 giây. Tấm mỏng được sản xuất có độ dày là 2mm được già hóa ở nhiệt độ không đổi và các điều kiện ẩm gồm nhiệt độ trong phòng là 23°C và độ ẩm tương đối là 55% trong 7 ngày, nhờ đó sản xuất tấm mỏng elastome.

Các ví dụ 11 đến 15 và các ví dụ so sánh 12 đến 16

Các tiền chất polyme (b1 đến t1) được tổng hợp dựa trên công thức trộn được thể hiện trong Bảng 3 theo cách tương tự như trong ví dụ 10, và các elastome polyuretan (B1 tới T1) được sản xuất.

Ví dụ so sánh đối chiếu 2

Tiền chất polyme (U1) được tổng hợp dựa trên công thức trộn được thể hiện trong Bảng 3 sử dụng 1,4-BIC (U) (1,4-BIC được sản xuất bằng cách sử dụng 1,4-BAC có bán trên thị trường) được sản xuất trong ví dụ so sánh đối chiếu 1 theo cách tương tự như trong ví dụ 10, và elastome polyuretan (U1) được sản xuất.

Đánh giá

Độ cứng: Shore A

Độ cứng Shore A được đo phù hợp với “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Các kết quả được thể hiện trong Bảng 3 theo các giá trị bằng số.

Đặc tính vật lý về kéo căng

Thử nghiệm kéo căng được thực hiện sử dụng tấm mỏng được sản xuất thích hợp với phương pháp được mô tả trong “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Mảnh thử nghiệm được đột bằng tạ JIS-3, và độ bền kéo (đơn vị: MPa) và độ giãn dài (đơn vị: %) được đo ở các điều kiện như sau: thiết bị thử nghiệm kéo căng (được sản xuất bởi Toyoseiki kogyo Co., Ltd., tên thương mại: thiết bị thử nghiệm kéo căng cao su tự động hoàn toàn TYPE: AE-CT), khoảng cách điểm chuẩn là 20mm, và tốc độ kéo căng là 300 mm/phút. Các kết quả được thể hiện trong bảng 3.

Độ bền kéo có rãnh khía

Phần góc bên phải của mảnh thử nghiệm kéo góc bên phải được sản xuất được tạo đường cắt có độ dài 1mm phù hợp với phương pháp được mô tả trong “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Sử dụng mảnh thử nghiệm, độ bền kéo có rãnh khía (đơn vị: N/cm) được đo bằng thiết bị thử nghiệm kéo căng (được sản xuất bởi Toyoseiki kogyo Co., Ltd., tên thương mại: thiết bị thử nghiệm kéo căng cao su tự động hoàn toàn TYPE: AE-CT) ở các điều kiện tốc độ căng là 300 mm/phút. Các kết quả được thể hiện trong bảng 3.

Thử nghiệm hóa vàng NOx chịu nhiệt

Mảnh thử nghiệm elastome polyuretan được cho giữ nguyên trong lò tuần hoàn không khí nóng 90°C trong 1000 giờ. Sau đó, thử nghiệm phơi lộ được thực hiện thích hợp với phương pháp thử nghiệm trong JIS L-0855 (2005) với nồng độ NOx là 2.000ppm trong 2 giờ. Sau đó, mảnh thử nghiệm được cho giữ nguyên thêm trong vật chứa có nhiệt độ và độ ẩm không đổi là 70°C và 95% trong 24 giờ. Vết bề ngoài sau khi được để giữ nguyên được quan sát bằng mắt.

Sau khi sấy tiếp ở áp suất giảm ở 60°C trong 24 giờ, độ giãn dài gây đứt được đo phù hợp với phương pháp thử nghiệm kéo căng được mô tả ở trên. Độ lưu giữ giãn dài (đơn vị: %) được tính toán bằng cách chia độ giãn dài gây đứt sau khi thử nghiệm cho độ giãn dài gây đứt trước khi thử nghiệm, và nhân kết quả với 100. Các kết quả được thể hiện trong bảng 3.

Vẻ bề ngoài

Vẻ bề ngoài của mảnh thử nghiệm sau khi thử nghiệm được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 3.

Tuyệt vời; Không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng, trở nên hơi trắng, dính, và biến dạng.

Bảng 3

Số			Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 13	Ví dụ 14	Ví dụ 15	Ví dụ so sánh 12	Ví dụ so sánh 13	Ví dụ so sánh 14	Ví dụ so sánh 15	Ví dụ so sánh 16	Ví dụ so sánh chiều 2
Thành phần polyisoxyanat	1,4-BIC		A	B	C	D	F	G	J	K	L	S	T	U
	Tỷ lệ chất đồng phân trans		82	82	82	72	72	93	82	82	82	67	97	40
	Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (I)		15	0,19	270	12	250	20	n.d.	0,07	340	12	18	n.d
Tiền chất polyme			a1	b1	c1	d1	f1	g1	j1	k1	l1	s1	t1	u1
	Lượng thành phần isoxyanat		225,2	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Lượng thành phần polyol		252,5	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
Hình thành tiền chất polyme	UH-100		494,8	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	UH-200		972,5	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Tiền chất polyme tổng lượng		900,0	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
Phân ứng kéo dài mạch	Tiền chất polyme được nạp		54,51	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	1,4-BD		0,112	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	4%Stanoc/DINA		2,66	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
Elastome polyuretan	IRGANOX245		2,22	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Tinuvin234		1,33	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Adeka Stab LA-72		A1	B1	C1	D1	F1	G1	J1	K1	L1	S1	T1	U1
Độ cứng	Shore A		89	89	89	87	87	92	89	89	89	83	97	75
	Cường độ		38	40	39	45	43	30	40	39	39	48	20	42
	Độ giãn dài		510	500	510	500	500	480	510	500	500	480	450	350
Vẽ bề ngoài sau thử nghiệm NOx chịu nhiệt	N/cm		850	870	855	900	900	800	850	830	830	850	600	800
	Quan sát bằng mắt		Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	Tuyệt vời	Dưới trung bình	Tốt	Kém	Dưới trung bình	Dưới trung bình	Kém
	Độ giãn dài		490	480	460	470	450	440	490	490	420	400	380	300
Sau khi thử nghiệm NOx chịu nhiệt	Độ lưu giữ giãn dài		96	96	90	94	90	92	96	98	84	83	84	84
	Độ bền kéo có rãnh khía		800	810	790	840	820	750	790	780	720	760	530	650
	Lưu giữ độ bền kéo có rãnh khía		94	93	92	93	91	94	93	94	87	89	88	81

Chi tiết về các cụm từ viết tắt trong các Bảng được thể hiện dưới đây.

UH-100; ETERNACOLL UH-100, polycacbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 1000 (được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.)

UH-200; ETERNACOLL UH-200, polycacbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000 (được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.)

1,4-BD; 1,4-butandiol (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

DINA; diisononyl adipat (được sản xuất bởi J-PLUS Co., Ltd.)

Tổng hợp và đánh giá về elastome polyuretan rắn nhiệt (TSU)

Ví dụ 16

• Tổng hợp Tiền chất polyme

Bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào được nạp 101,9 phần khối lượng của 1,4-BIC (A), và 505,4 phần khối lượng của PTG2000SN (polytetrametylen ete glycol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000, được sản xuất bởi Hodogaya Chemical Co., LTD.) được khử nước trước ở áp suất giảm; và hỗn hợp được khuấy trong môi trường nitơ ở 80°C trong 1 giờ, và sau đó, 0,076 phần khối lượng của dung dịch dibutyltin dilaurat được pha loãng trước với diisononyl adipat (được sản xuất bởi J-PLUS Co., Ltd.) tới 4% khối lượng được đưa vào. Phản ứng được tiếp tục ở 80°C đến khi hàm lượng nhóm isoxyanat đạt tới 3,8% khối lượng, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme polyuretan có đầu cuối là nhóm isoxyanat (a2) (được gọi đơn giản là tiền chất polyme (a2) trong phần dưới đây).

• Điều chế Elastome polyuretan (A2)

Bình chứa bằng thép không gỉ được nạp 200 phần khối lượng của tiền chất polyme (a2) có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 80°C, 1,24 phần khối lượng của IRGANOX 245 (chất làm ổn định chịu nhiệt được sản xuất bởi BASF), 1,03 phần khối lượng của Tinuvin234 (chất hấp thụ tia tử ngoại được sản xuất bởi BASF), 0,62 phần khối lượng của Adeka StabLA-72 (HALS được sản xuất bởi ADEKA), và 0,050 phần khối lượng của dung dịch dibutyltin dilaurat (DBTDL) được pha loãng với diisononyl adipat (được sản xuất bởi J-

PLUS Co., Ltd.) trước tới 4% khối lượng; và hỗn hợp được khuấy và được trộn sử dụng motor ba trong một (tên thương mại: HEIDON FBL3000, được sản xuất bởi Shinto Scientific Co., Ltd.) ở 600rpm trong khoảng 1 phút.

Tiếp theo, 7,97 phần khối lượng của chất kéo dài mạch hỗn hợp được khử nước trước ở áp suất giảm được điều chế bằng cách trộn nóng chảy 1,98 phần khối lượng của trimethylolpropan (TMP) (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) và 5,99 phần khối lượng của 1,4-butandiol (1,4-BD) (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) ở 60°C được bổ sung vào đó. Hỗn hợp được khuấy kỹ trong khoảng 2 phút đến khi trở nên đồng nhất hoàn toàn, và sau đó, khử bọt chân không được thực hiện ngay để khử bọt dung dịch được trộn. Hỗn hợp được rót trong khi chú ý không có bọt trong khuôn đúc có nắp dạng tấm mà tác nhân tháo (tên thương mại: MIRAX RS-102, được sản xuất bởi Miyoshi Oil & Fat Co., Ltd.) được phủ trước và có nhiệt độ được điều chỉnh là 100°C, và hỗn hợp được cho phản ứng ở 100°C trong 22 giờ. Sau đó, elastome polyuretan được tháo khỏi khuôn đúc, và độ cứng được đo sau 4 giờ ở nhiệt độ không đổi và các điều kiện ẩm gồm nhiệt độ trong phòng là 23°C và độ ẩm tương đối là 50%, và sau khi được già hóa trong 7 ngày nữa, được sử dụng để đo đặc tính vật lý.

Các ví dụ 17 đến 21 và các ví dụ so sánh 17 đến 21

Các tiền chất polyme (b2 đến t2) được tổng hợp theo cách tương tự như trong ví dụ 16 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong bảng 4, nhờ đó sản xuất các elastome polyuretan (B2 đến T2).

Đánh giá

Độ cứng: Shore A

Độ cứng Shore A được đo phù hợp với “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Các kết quả được thể hiện trong Bảng 4 theo các giá trị bằng số.

Đặc tính vật lý về kéo căng

Thử nghiệm kéo căng được thực hiện sử dụng tấm mỏng được sản xuất thích hợp với phương pháp được mô tả trong “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Mẫu thử nghiệm được

đột bằng tạ JIS-3, và độ bền kéo ở chỗ gãy (đơn vị: MPa) và độ giãn dài (đơn vị: %) được đo sử dụng thiết bị thử nghiệm kéo căng (được sản xuất bởi Toyoseiki kogyo Co., Ltd., tên thương mại: thiết bị thử nghiệm kéo căng cao su tự động hoàn toàn TYPE: AE-CT) ở các điều kiện dưới đây: khoảng cách điểm chuẩn là 20mm và tốc độ căng là 300 mm/phút. Các kết quả được thể hiện trong bảng 4.

Thử nghiệm hóa vàng NOx chịu nhiệt

Mảnh thử nghiệm elastome polyuretan được cho giữ nguyên trong lò tuần hoàn không khí nóng ở 90°C trong 1000 giờ. Sau đó, thử nghiệm phơi lộ được thực hiện thích hợp với phương pháp thử nghiệm trong JIS L-0855 (2005) với nồng độ NOx là 2.000ppm trong 2 giờ. Sau đó, mảnh thử nghiệm để giữ nguyên tiếp trong vật chứa có nhiệt độ không đổi 70°C và độ ẩm 95% trong 24 giờ. Về bề ngoài sau khi được để giữ nguyên được quan sát bằng mắt.

Sau khi sấy tiếp ở áp suất giảm ở 60°C trong 24 giờ, độ giãn dài gây đứt được đo phù hợp với phương pháp thử nghiệm kéo căng được mô tả ở trên. Độ lưu giữ giãn dài (đơn vị: %) được tính toán bằng cách chia độ giãn dài gây đứt sau khi thử nghiệm cho độ giãn dài gây đứt trước khi thử nghiệm, và nhân kết quả với 100. Các kết quả được thể hiện trong bảng 4.

Về bề ngoài

Về bề ngoài của mảnh thử nghiệm sau khi thử nghiệm được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Tuyệt vời; Không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng, trở nên hơi trắng, dính, và biến dạng.

Chi tiết về các cụm từ viết tắt trong các Bảng được thể hiện dưới đây.

PTG2000SN; polytetrametylen ete glycol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000, được sản xuất bởi Hodogaya Chemical Co., LTD.

TMP; trimetylolpropan (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

1,4-BD; 1,4-butandiol (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

DBTDL; dibutyltin dilaurat (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

DINA; diisononyl adipat (được sản xuất bởi J-PLUS Co., Ltd.)

Tổng hợp và đánh giá về nhựa polyuretan quang

Ví dụ 22

48,6 phần khối lượng của 1,4-BAC (A), 0,098 phần khối lượng của dimetyl tin diclorua là chất xúc tác, và 0,10 phần khối lượng của este của axit phosphoric (ZELEC UN được sản xuất bởi Stepan), và 0,05 phần khối lượng của chất hấp thụ tia tử ngoại (Biosorb 583, được sản xuất bởi KYODO CHEMICAL CO., LTD.) được trộn và được hòa tan ở 10 đến 15°C.

Sau đó, thành phần polythiol tạo nên từ 28,2 phần khối lượng của 1,2-bis(2-mercaptoethylthio)-3-propan thiol (GST) và 21,4 phần khối lượng của pentaerythritoltetra (3-mercapto propionat) (PEMP, được sản xuất bởi SC hữu cơ chemical) được đưa vào và được trộn, nhờ đó sản xuất chất lỏng đồng nhất được trộn (chế phẩm polyme hóa được).

Tiếp theo, hỗn hợp đồng nhất được khử bọt trong 1 giờ, và tiếp theo sau đó, được lọc bằng bộ lọc PTFE 1µm (polytetrafluetylen), và được đưa vào khuôn đúc dùng cho bộ phận quang học tạo nên từ khuôn đúc thủy tinh 4D và dài bằng.

Khuôn đúc được cho vào lò, và nhiệt độ được tăng lên dần dần từ 25°C đến 120°C mất 20 giờ để polyme hóa. Sau khi hoàn thành polyme hóa, khuôn đúc được lấy ra khỏi lò, và sản phẩm được giải phóng. Bước tiếp theo được thực hiện tiếp ở 120°C trong 3 giờ, nhờ đó sản xuất nhựa polyuretan quang A3.

Các ví dụ 22 đến 27 và các ví dụ so sánh 22 đến 26

Các nhựa polyuretan quang (B3 đến T3) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 22 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong bảng 5.

Đánh giá

Các đặc tính quang học

Sự khúc xạ (ne) và số Abbe (ve) được đo sử dụng khúc xạ kế Pulfrich ở 20°C. Các kết quả được thể hiện trong bảng 5.

Vẻ bề ngoài

Vẻ bề ngoài của nhựa polyuretan quang được quan sát bằng mắt.

Thử nghiệm kéo căng một lỗ

Tám nhựa phẳng có đường kính được điều chỉnh là 45mm và độ dày 2,5mm được khoan ở hai điểm sử dụng AUTOGRAPH AGS-J (được sản xuất bởi Shimadzu Corporation) sao cho tám nhựa phẳng có lỗ có đường kính là 1,6mm ở hai điểm. Trục làm bằng kim loại 1,6mm được cho đi qua các lỗ, và cả hai đầu của mẫu được gắn vào vật cố định. Sau đó, kéo được thực hiện ở tỷ lệ 5 mm/phút, và lực thử nghiệm tối đa được đo. Lực thử nghiệm tối đa thu được mà từ đó áp suất của nhựa được khấu trừ được coi như độ bền kéo một lỗ (đơn vị: N/mm).

Thử nghiệm hóa vàng NOx chịu nhiệt

Mảnh thử nghiệm nhựa polyuretan quang được cho giữ nguyên trong lò tuần hoàn không khí nóng 90°C trong 1000 giờ. Sau đó, thử nghiệm phơi lộ được thực hiện thích hợp với phương pháp thử nghiệm trong JIS L-0855 (2005) với nồng độ NOx là 2.000ppm trong 2 giờ. Sau đó, mảnh thử nghiệm để giữ nguyên tiếp trong vật chứa có nhiệt độ và độ ẩm không đổi là 70°C và 95% trong 24 giờ. Vẻ bề ngoài sau khi được để giữ nguyên được quan sát bằng mắt.

Sau khi sấy tiếp ở áp suất giảm ở 60°C trong 24 giờ, độ giãn dài gây đứt được đo phù hợp với phương pháp thử nghiệm kéo căng được mô tả ở trên. Độ lưu giữ giãn dài (đơn vị: %) được tính toán bằng cách chia độ giãn dài gây đứt sau khi thử nghiệm cho độ giãn dài gây đứt trước khi thử nghiệm, và nhân kết quả với 100. Các kết quả được thể hiện trong bảng 5.

Vẻ bề ngoài

Vẻ bề ngoài của mảnh thử nghiệm sau khi thử nghiệm được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong bảng 5.

Tuyệt vời; Không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng, trở nên hơi trắng, dính, và biến dạng.

Bảng 5

Số		Ví dụ so sánh												
Thành phần polyisoxyanat	1,4-BIC													
	Tỷ lệ chất đồng phân trans	% mol	Ví dụ 22	Ví dụ 23	Ví dụ 24	Ví dụ 25	Ví dụ 26	Ví dụ 27	Ví dụ so sánh 22	Ví dụ so sánh 23	Ví dụ so sánh 24	Ví dụ so sánh 25	Ví dụ so sánh 26	
	Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (I)	ppm	15	0,19	270	12	250	20	n.d.	0,07	340	12	18	
Lượng thành phần isoxyanat		phần khối lượng	48,6	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
Lượng thành phần polythiol	GST	phần khối lượng	28,2	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
	PEMP	phần khối lượng	21,4	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
Tác nhân tháo	ZELEC UN	phần khối lượng	0,10	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
Chất hấp thụ tia tử ngoại	Biosorb 583	phần khối lượng	0,05	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
Chất xúc tác	Dibutyltin diclorua	ppm	0,098	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
Nhựa polyuretan quang			A3	B3	C3	D3	F3	G3	J3	K3	L3	S3	T3	
Khúc xạ(ne)			1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	
Số Abbe(ve)			38,6	38,6	38,6	38,6	38,6	38,6	38,6	38,6	38,6	38,6	38,6	
Về bề ngoài			Trong suốt	Trong suốt	Trong suốt	Trong suốt	Trong suốt	Trong suốt	Trong suốt	Trong suốt	Trong suốt	Trong suốt	Đục	
Sau khi thử nghiệm NOx chịu nhiệt	Đặc tính vật lý về kéo căng	Thử nghiệm kéo căng một lỗ	N/mm	579	588	569	608	539	569	569	539	637	441	
		Về bề ngoài	Quan sát bằng mắt	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	Tốt	Tuyệt vời	Dưới trung bình	Tốt	Dưới trung bình	Kém	
		Thử nghiệm kéo căng một lỗ	N/mm	569	569	539	598	579	559	559	500	559	392	
		Độ lưu giữ của thử nghiệm kéo căng một lỗ	%	98,3	96,7	94,8	98,4	95,2	94,5	98,3	98,3	87,7	88,9	

Chi tiết về các cụm từ viết tắt trong các Bảng được thể hiện dưới đây.

PEMP; pentaerythritoltetra (3-mercaptopropionat), được sản xuất bởi SC hữu cơ chemical Co., Ltd.

GST; 1,2-bis(2-mercaptoethylthio)-3-propan thiol

Tổng hợp và đánh giá về nhựa polyuretan chứa nước (PUD)

Ví dụ tổng hợp 1 (Tổng hợp diol mạch bên polyoxyetylen)

Bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào được nạp 1000 phần khối lượng của metoxypolyetylen glycol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 1000 (được sản xuất bởi TOHO Chemical Industry Co., Ltd.) và 1682 phần khối lượng của 1,6-hexametylen diisoxyanat (tên thương mại: TAKENATE-700, được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.), và hỗn hợp được cho phản ứng trong môi trường nitơ ở 90°C trong 9 giờ. Dung dịch phản ứng được sản xuất được đưa đi chưng cất màng mỏng để loại bỏ 1,6-hexametylen diisoxyanat chưa phản ứng, nhờ đó sản xuất monoisoxyanat chứa nhóm polyoxyetylen. Sau đó, bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào được nạp 82,5 phần khối lượng của dietanol amin, và 917,5 phần khối lượng của monoisoxyanat chứa nhóm polyoxyetylen được mô tả ở trên được nhỏ giọt dần dần vào đó trong môi trường nitơ trong khi làm mát bằng không khí sao cho nhiệt độ phản ứng không vượt quá 70°C. Sau khi nhỏ giọt hoàn tất, hỗn hợp được khuấy trong khoảng 1 giờ trong môi trường nitơ ở 70°C, và được xác nhận rằng nhóm isoxyanat biến mất, nhờ đó sản xuất diol mạch bên polyoxyetylen.

Ví dụ 28

Bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào được nạp 38,6 phần khối lượng của diol mạch bên polyoxyetylen được tổng hợp trong ví dụ tổng hợp 1, 120,2 phần khối lượng của ETERNACOLL UH-100 (polycarbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 1000 được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.) được khử nước trước ở áp suất giảm, 120,2 phần khối lượng của ETERNACOLL UH-200 (polycarbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000 được sản xuất bởi Ube Industries,

Ltd.), 89,78 phần khối lượng methyl ethyl keton, và 3,4 phần khối lượng của IRGANOX 245 (chất làm ổn định chịu nhiệt được sản xuất bởi BASF), và hỗn hợp được khuấy.

Tiếp theo, 57,6 phần khối lượng của 1,4-BAC (A) được đưa vào đó và hỗn hợp được cho phản ứng ở 75°C trong 2 giờ, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat.

Tiếp theo, dung dịch phản ứng được làm nguội tới 50°C, và 134,7 phần khối lượng của axeton được đưa vào đó. Hơn nữa, hỗn hợp được làm nguội tới 30°C, và sau đó 742,63 phần khối lượng của nước trao đổi ion được bổ sung dần dần để phân tán tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat trong nước. Kéo dài mạch bằng 31,87 phần khối lượng của dung dịch nước 20% khối lượng hexametylen diamin được thực hiện, và hơn nữa, axeton được chưng cất, nhờ đó tạo ra sự phân tán nước của nhựa polyuretan A4 chứa nước có hàm lượng chất rắn 34,6% khối lượng.

Các ví dụ 29 đến 33 và các ví dụ so sánh 27 đến 31

Các nhựa polyuretan có nước (B4 đến T4) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 28 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong bảng 6.

Đánh giá

Sản xuất màng polyuretan chứa nước

Nhựa polyuretan chứa nước được rót vào nền làm bằng polypropylen sao cho độ dày màng sau khi sấy là 200µm, và hàm lượng ẩm được sấy ở nhiệt độ trong phòng trong 24 giờ. Sau đó, gia nhiệt được thực hiện ở 110°C trong 1 giờ, nhờ đó hoàn thành làm bay hơi nước. Sau khi làm mát tới nhiệt độ trong phòng, màng được tháo khỏi nền, nhờ đó sản xuất màng polyuretan chứa nước.

Thử nghiệm kéo căng màng polyuretan chứa nước

Thử nghiệm kéo căng được thực hiện sử dụng thiết bị thử nghiệm kéo căng (được sản xuất bởi INTESCO co., Ltd., kiểu: type 205) thiết lập trong phòng thí nghiệm ở 23°C và độ ẩm tương đối là 55%. Cụ thể hơn là, thử nghiệm kéo căng được thực hiện sử dụng mảnh thử nghiệm được đặt bằng tạ JIS4 với các điều kiện là khoảng cách giữa các mâm cặp là 20mm và tốc độ căng là 300 mm/phút. Độ bền kéo ở chỗ đứt (đơn vị: MPa) và độ giãn dài (đơn vị: %) của

màng polyuretan được đo theo cách này.

Thử nghiệm hóa vàng NOx chịu nhiệt

Mảnh thử nghiệm màng polyuretan được cho giữ nguyên trong lò tuần hoàn không khí nóng 90°C trong 1000 giờ. Sau đó, thích hợp với phương pháp thử nghiệm trong JIS L-0855 (2005), thử nghiệm phơi lộ được thực hiện với nồng độ NOx là 2.000ppm trong 2 giờ. Sau đó, mảnh thử nghiệm để giữ nguyên tiếp trong vật chứa có nhiệt độ và độ ẩm không đổi là 70°C và 95% trong 24 giờ. Về bề ngoài sau khi được để giữ nguyên được quan sát bằng mắt.

Sau khi sấy tiếp ở áp suất giảm ở 60°C trong 24 giờ, độ giãn dài gây đứt được đo phù hợp với phương pháp thử nghiệm kéo căng được mô tả ở trên. Độ lưu giữ giãn dài (đơn vị: %) được tính toán bằng cách chia độ giãn dài gây đứt sau khi thử nghiệm cho độ giãn dài gây đứt trước khi thử nghiệm, và nhân kết quả với 100. Các kết quả được thể hiện trong bảng 6.

Về bề ngoài

Về bề ngoài của mảnh thử nghiệm sau khi thử nghiệm được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong bảng 6.

Tuyệt vời; Không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng, trở nên hơi trắng, dính, và biến dạng.

Bảng 6

Số		Ví dụ 28																			Ví dụ 29																			Ví dụ 30																			Ví dụ 31																			Ví dụ 32																			Ví dụ 33																			Ví dụ so sánh 27																			Ví dụ so sánh 28																			Ví dụ so sánh 29																			Ví dụ so sánh 30																			Ví dụ so sánh 31																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																												
Thành phần polyisoxyanat		1,4-BIC																			Tỷ lệ chất đồng phân trans																			Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (1)																			Lượng thành phần isoxyanat																			Lượng thành phần polyol																			Chất làm ổn định																			Dung môi																			Dung môi																			Chất kéo dài mạch																			Nhựa polyuretan chứa nước																			Hàm lượng nồng độ chất rắn																			Độ nhớt (25°C)																			Đặc tính vật lý về kéo căng																			Sau khi thử nghiệm NOx chịu nhiệt																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																			
		% mol																			ppm																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																			phần khối lượng																

Chi tiết về các cụm từ viết tắt trong các Bảng được thể hiện dưới đây.

UH-100; ETERNACOLL UH-100, polycacbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 1000 (được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.)

UH-200; ETERNACOLL UH-200, polycacbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000 (được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.)

HDA; hexametylendiamin

Tổng hợp và đánh giá về dung dịch nhựa polyuretan

Ví dụ 34

Thiết bị phản ứng được trang bị có cánh hình mỏ neo, nhiệt kế, và thiết bị ngưng tụ làm mát bằng nước, và có khả năng đo momen khuấy liên tục được nạp 46,53 phần khối lượng của ETERNACOLL UH-100 (polycacbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 1000 được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.) được khử nước trước ở áp suất giảm, 91,17 phần khối lượng của ETERNACOLL UH-200 (polycacbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000 được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.), và 53,68 phần khối lượng của 1,4-BIC (A) trong môi trường nitơ, và nhiệt độ được tăng lên ở tốc độ khuấy 200rpm là 80°C.

Tiếp theo, phản ứng được thực hiện ở 80°C trong 1 giờ, và sau đó chất xúc tác là 0,019 phần khối lượng của dung dịch trong đó dibutyltin dilaurat (DBTDL) được pha loãng trước với N,N-dimetylformamit (DMF) tới 10% khối lượng được bổ sung.

Phản ứng được thực hiện tiếp ở cùng nhiệt độ trong 2 giờ, và tiếp theo sau đó, phản ứng được thực hiện đến khi nồng độ nhóm isoxyanat đạt tới 8,09% khối lượng, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme uretan có đầu cuối là nhóm isoxyanat (a5).

Tiếp theo, sau khi tiền chất polyme uretan có đầu cuối là nhóm isoxyanat (a5) được làm nguội tới 50°C, 765,53 phần khối lượng của DMF, mà được khử nước trước bằng các rây phân tử 4A được ngâm trong đó, được bổ sung dần dần có tốc độ khuấy 300rpm sao cho nồng độ tiền chất polyme uretan có đầu cuối là nhóm isoxyanat (a5) đạt tới 20% khối lượng, nhờ đó hòa tan tiền chất polyme

uretan có đầu cuối là nhóm isoxyanat (a5).

Sau đó, dung dịch DMF của tiền chất polyme uretan có đầu cuối là nhóm isoxyanat (a2) được gia nhiệt lại tới 80°C hoặc thấp hơn. 27,43 phần khối lượng của etylen glycol (EG) (loại đặc biệt, được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) được pha loãng tới 40% khối lượng với DMF, và 0,38% khối lượng của dung dịch DBTDL được pha loãng tới 10% khối lượng với DMF được đưa vào đó. Sau khi phản ứng ở 80°C trong 6 giờ, 1,44 phần khối lượng của EG được pha loãng tới 40% khối lượng với DMF được đưa vào đó. Hỗn hợp được cho phản ứng tiếp ở 80°C trong 1 giờ.

Hơn nữa, 6,1 phần khối lượng (hàm lượng chất rắn 0,61 phần khối lượng) của IRGANOX 245 (chất làm ổn định chịu nhiệt được sản xuất bởi BASF), 5,1 phần khối lượng (hàm lượng chất rắn 0,51 phần khối lượng) của Tinuvin234 (HALS được sản xuất bởi BASF), và 3,0 phần khối lượng (hàm lượng chất rắn 0,30 phần khối lượng) của Adeka StabLA-72 (được sản xuất bởi ADEKA, chất hấp thụ tia tử ngoại), mỗi loại trong số này được hòa tan trong DMF là 10% khối lượng được đưa vào, nhờ đó sản xuất dung dịch nhựa polyuretan (A5). Nhựa polyuretan có hàm lượng nồng độ chất rắn là 20% khối lượng.

Các ví dụ 35 đến 39 và các ví dụ so sánh 32 đến 36

Các dung dịch nhựa polyuretan (B5 đến T5) được tổng hợp theo cách tương tự như trong ví dụ 34 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong Bảng 7.

Đánh giá

<Độ nhớt dung dịch nhựa polyuretan>

Sử dụng nhớt kế loại E (được sản xuất bởi TOKI Sangyo Co., Ltd., tên thương mại: TOKIMEC TV-30 VISCOMETER), độ nhớt (đơn vị: Pa · s) của dung dịch nhựa polyuretan được đo ở tốc độ quay là 0,1rpm và nhiệt độ là 25°C với rôto có cỡ 1°34' × R24. Lượng của mẫu để đo là khoảng 1 đến 1,2mL.

Sản xuất màng polyuretan

Dung dịch nhựa polyuretan được phủ lên tấm kính sao cho độ dày màng sau khi sấy là 100µm, và sau đó, trong môi trường nitơ, áp suất được giảm ở 60°C trong 3 giờ, nhờ đó chưng cất DMF, và sản xuất màng polyuretan.

Thử nghiệm kéo căng của màng polyuretan

Thử nghiệm kéo căng được thực hiện sử dụng thiết bị thử nghiệm kéo căng (được sản xuất bởi INTESCO co., Ltd., kiểu: type 205) thiết lập trong phòng thí nghiệm ở 23°C và độ ẩm tương đối là 55%. Cụ thể hơn là, thử nghiệm kéo căng được thực hiện sử dụng mảnh thử nghiệm màng có kích cỡ 60mm theo hướng kéo căng và độ rộng 10mm với các điều kiện khoảng cách giữa các mâm cặp là 30mm và tốc độ căng là 300 mm/phút. Độ bền kéo ở chỗ đứt (đơn vị: MPa) và độ giãn dài (đơn vị: %) của màng polyuretan được đo theo cách này.

Thử nghiệm hóa vàng NOx chịu nhiệt

Mảnh thử nghiệm màng polyuretan được cho giữ nguyên trong lò tuần hoàn không khí nóng 90°C trong 1000 giờ. Sau đó, thử nghiệm phơi lộ được thực hiện với nồng độ NOx là 2.000ppm trong 2 giờ thích hợp với phương pháp thử nghiệm trong JIS L-0855 (2005). Sau đó, mảnh thử nghiệm để giữ nguyên tiếp trong vật chứa có nhiệt độ và độ ẩm không đổi là 70°C và 95% trong 24 giờ. Vết bề ngoài sau khi được để giữ nguyên được quan sát bằng mắt.

Sau khi sấy tiếp ở áp suất giảm ở 60°C trong 24 giờ, độ giãn dài gây đứt được đo phù hợp với phương pháp thử nghiệm kéo căng được mô tả ở trên. Độ lưu giữ giãn dài (đơn vị: %) được tính toán bằng cách chia độ giãn dài gây đứt sau khi thử nghiệm cho độ giãn dài gây đứt trước khi thử nghiệm, và nhân kết quả với 100. Các kết quả được thể hiện trong bảng 7.

Vết bề ngoài

Vết bề ngoài của mảnh thử nghiệm sau khi thử nghiệm được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong bảng 7.

Tuyệt vời; Không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng, trở nên hơi trắng, dính, và biến dạng.

Bảng 7

Số	Ví dụ 34		Ví dụ 35	Ví dụ 36	Ví dụ 37	Ví dụ 38	Ví dụ 39	Ví dụ so sánh 32	Ví dụ so sánh 33	Ví dụ so sánh 34	Ví dụ so sánh 35	Ví dụ so sánh 36
Thành phần polyisoxanat	1,4-BIC	A	B	C	D	F	G	J	K	L	S	T
	Tỷ lệ chất đồng phân trans	82	82	82	72	72	93	82	82	82	67	97
	Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (1)	15	0,19	270	12	250	20	n.d.	0,07	340	12	18
	Tiền chất polyme		a5	b5	c5	d5	g5	j5	k5	l5	s5	t5
	Lượng thành phần isoxanat		53,68	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Lượng thành phần polyol		46,53	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Chất xúc tác		91,17	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Dung môi		0,019	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Chất kéo dài mạch (được bổ sung riêng)		765,5	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Chất xúc tác		10,97	←	←	←	←	←	←	←	←	←
Phản ứng kéo dài mạch	Dung môi		0,58	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Dung môi		0,38	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Dung môi		17,3	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Dung môi		0,61	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Dung môi		0,51	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Dung môi		0,30	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Dung môi		12,78	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Dung môi		←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Dung môi		←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Dung môi		←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
Dung dịch polyuretan		A5	B5	C5	D5	F5	G5	J5	K5	L5	S5	T5
Hàm lượng nồng độ chất rắn		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Độ nhớt của dung dịch (25°C)		88	87	88	80	80	100	88	87	88	70	200
Màng polyuretan		A6	B6	C6	D6	F6	G6	J6	K6	L6	S6	T6
Đặc tính vật lý		62	60	55	55	55	53	61	60	50	48	35

về kéo căng	Độ giãn dài	%	700	690	670	760	760	760	690	680	600	850	400
	Về bề ngoài	Quan sát bằng mắt	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Dưới trung bình	Tốt	Kém	Kém	Dưới trung bình
	Độ giãn dài	%	640	630	610	680	640	450	630	610	500	610	300
	Độ lưu giữ giãn dài	%	91	91	91	89	84	78	91	90	83	72	75

Chi tiết về các cụm từ viết tắt trong các Bảng được thể hiện dưới đây.

UH-100; ETERNACOLL UH-100, polycacbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 1000 (được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.)

UH-200; ETERNACOLL UH-200, polycacbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000 (được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.)

DBTDL; dibutyltin dilaurat (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

DMF; N,N-dimetylformamit (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd. Loại tổng hợp hữu cơ)

Tổng hợp chế phẩm polyisoxyanat

Ví dụ 40

17,1 phần khối lượng của TMP được đưa vào phễu nhỏ giọt được gia nhiệt bằng bộ gia nhiệt dạng dải và được hòa tan. Sau đó, bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào được nạp 200 phần khối lượng của 1,4-BIC (A), và nhiệt độ được tăng lên trong khi khuấy trong môi trường nitơ đến 75°C. Sau đó, TMP được hòa tan được nhỏ giọt vào đó mất khoảng 60 phút. Sau khi hoàn thành nhỏ giọt, nhiệt độ được tăng lên đến 80°C, và phản ứng được tiếp tục đến khi nồng độ nhóm isoxyanat đạt tới giá trị được tính toán. Dung dịch phản ứng được sản xuất được cho đi qua thiết bị chưng cất màng mỏng (độ chân không 50 Pa, nhiệt độ 150°C) để loại bỏ 1,4-BIC (A) chưa phản ứng, và hơn nữa, etyl axetat được bổ sung sao cho hàm lượng nồng độ chất rắn là 75% khối lượng, nhờ đó sản xuất chế phẩm polyisoxyanat (A6).

Chế phẩm polyisoxyanat (A6) được sản xuất có nồng độ nhóm isoxyanat là 11,2%, độ nhớt là 2300MPa · s (25°C), và hàm lượng nồng độ chất rắn là 75,2%.

Các ví dụ 41 đến 45 và các ví dụ so sánh 37 đến 41

Các chế phẩm polyisoxyanat (B6 đến T6) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 40 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong bảng 8.

Tổng hợp và đánh giá về nhựa polyuretan hóa rắn hai phần

1,47 phần khối lượng của IRGANOX 245 (chất làm ổn định chịu nhiệt

được sản xuất bởi BASF), 1,23 phần khối lượng của Tinuvin234 (chất hấp thụ tia tử ngoại được sản xuất bởi BASF), và 0,74 phần khối lượng của Adeka StabLA-72 (HALS được sản xuất bởi ADEKA) được trộn và được hòa tan vào 341,3 phần khối lượng của acrylic polyol (OLESTE Q666 được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, inc. chỉ số hydroxyl: 60 mgKOH/g) là thành phần chính.

Sau đó, 150 phần khối lượng của chế phẩm polyisoxyanat (A6) được sản xuất trong ví dụ 40 được phối trộn vào đó, và hơn nữa, chất xúc tác là 300ppm của dibutyltin dilaurat tính theo hàm lượng chất rắn của chế phẩm polyisoxyanat (A6) được bổ sung vào đó. Hơn nữa, butyl axetat được bổ sung vào đó sao cho hàm lượng chất rắn của acrylic polyol và chế phẩm polyisoxyanat (A6) là 50% khối lượng, và hỗn hợp được khuấy ở 23°C trong 180 giây.

Tiếp theo, chất lỏng hỗn hợp được phủ lên nền kính để đo độ cứng, nền polycacbonat để đo độ bám dính, và nền polypropylen để đo đặc tính vật lý về kéo căng, và sau đó, được hóa rắn bằng nhiệt ở 120°C trong 3 phút. Gia nhiệt thêm được thực hiện ở 40°C trong 48 giờ, nhờ đó sản xuất lớp phủ nhựa polyuretan (A7) có độ dày lớp phủ là khoảng 40µm.

Các ví dụ 47 đến 51 và các ví dụ so sánh 42 đến 46

Các lớp phủ nhựa polyuretan (B7 đến T7) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 46 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong Bảng 8.

Ví dụ 52

Phương pháp phosgen hóa hai giai đoạn lạnh/nóng được thực hiện ở áp suất sử dụng 1,5-diaminopentan làm cấu tử.

Tức là, thiết bị phản ứng được tạo áp suất có lớp vỏ bao được trang bị có bộ khuấy cảm ứng điện từ, van điều hòa áp suất tự động, nhiệt kế, đường cấp vào nitơ, đường cấp vào phosgen, thiết bị ngưng tụ, và bơm cấp nguyên liệu được nạp 2000 phần khối lượng của o-diclobenzen. Sau đó, 2300 phần khối lượng của phosgen được bổ sung từ đường cấp vào phosgen, và khuấy được bắt đầu. Nước lạnh được cho đi qua lớp vỏ bao thiết bị phản ứng sao cho nhiệt độ bên trong được giữ khoảng 10°C. Sau đó, dung dịch trong đó 400 phần khối lượng của 1,5-diaminopentan được hòa tan trong 2600 phần khối lượng của orthodiclobenzen được cấp bằng bơm cấp mất 60 phút, và phosgen hóa lạnh

được bắt đầu ở 30°C hoặc thấp hơn và áp suất bình thường. Sau khi hoàn thành cấp, huyền phù đặc màu trắng hơi nâu được tạo ra trong thiết bị phản ứng có áp suất.

Tiếp theo, trong khi gia tăng nhiệt độ của chất lỏng bên trong của thiết bị phản ứng mất 60 phút đến 160°C, áp suất được cấp tới 0,25MPa, và thêm nữa, phosgen hóa nóng được thực hiện bằng áp suất 0,25MPa và nhiệt độ phản ứng là 160°C trong 90 phút. Ở giai đoạn giữa của phosgen hóa nóng, 1100 phần khối lượng của phosgen được bổ sung. Nhờ quy trình phosgen hóa nóng, chất lỏng bên trong thiết bị phản ứng có áp suất trở thành chất lỏng trong suốt có màu nâu xám. Sau khi hoàn thành phản ứng phosgen hóa nóng, khí nitơ được đưa vào ở 100 đến 140°C với tốc độ dòng là 100 L/giờ để khử khí.

Tiếp theo, sau khi dung môi orthodichlorobenzene được chưng cất ở áp suất giảm, 1,5-pentametylen diisoxyanat (dưới đây được gọi là 1,5-PDI) được chưng cất cũng ở áp suất giảm.

Tiếp theo, 1,5-PDI được chưng cất được đưa vào bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào, và trong khi đưa vào nitơ, được gia nhiệt ở 190°C trong 3 giờ ở áp suất bình thường.

Tiếp theo, 1,5-PDI sau khi xử lý nhiệt được đưa vào bình thủy tinh, và sử dụng cột chưng cất (được sản xuất bởi Sibata Scientific Technology Ltd., tên thương mại: cột chưng cất loại K) được trang bị có ống chưng cất được nạp bốn phần tử độn (được sản xuất bởi Sumitomo Heavy Industries Ltd., tên thương mại: Sumitomo/Sulzer Labo Packing EX), và bộ định thời kiểm soát tỷ lệ hồi lưu, và sử dụng thiết bị tinh cất được trang bị thiết bị ngưng tụ, tinh cất được thực hiện bằng cách hồi lưu tiếp ở các điều kiện từ 127 đến 132°C và 2,7KPa, nhờ đó sản xuất 480 phần khối lượng của 1,5-PDI.

1,5-PDI được sản xuất có độ tinh khiết được đo bằng sắc ký khí là 99,9%.

Bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào được nạp 500 phần khối lượng của 1,5-PDI được mô tả ở trên, và 50,0 phần khối lượng của trimethylolpropan (viết tắt là: TMP) là polyol trọng lượng phân tử thấp (tỷ lệ đương lượng (NCO/OH) = 5,8). Nhiệt độ được tăng lên đến

75°C trong môi trường nitơ, và sau khi xác nhận rằng trimethylolpropan được hòa tan, hỗn hợp được cho phản ứng ở 83°C đến khi nồng độ nhóm isoxyanat đạt tới giá trị được tính toán (lượng lý thuyết của nhóm isoxyanat chưa phản ứng. Xem bảng 1).

Tiếp theo, nhiệt độ của dung dịch phản ứng giảm đi tới 55°C, và sau đó, 350 phần khối lượng của chiết dung môi hỗn hợp (n-hexan/etyl axetat = 90/10 (tỷ lệ khối lượng)) được bổ sung, và khuấy được thực hiện trong 10 phút. Hỗn hợp được giữ nguyên trong 10 phút, và sau đó lớp dung môi chiết được loại bỏ. Thao tác chiết tương tự được lặp lại 4 lần.

Sau đó, dung môi chiết còn lại trong dung dịch phản ứng được loại bỏ khỏi dung dịch phản ứng được sản xuất trong khi gia nhiệt đến 80°C ở áp suất giảm, nhờ đó sản xuất chế phẩm polyisoxyanat.

Sau đó, lớp phủ nhựa polyuretan (U8) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 46 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong Bảng 8, sử dụng chế phẩm polyisoxyanat được sản xuất (sản phẩm cộng 1,5-PDI/TMP) và chế phẩm polyisoxyanat (A6) được sản xuất trong ví dụ 40 được mô tả ở trên.

Đánh giá

Độ cứng lớp phủ

Theo JIS-K5600-5-6 (1995), độ cứng bút chì ở thời điểm khi bề mặt của lớp phủ được phủ lên nền kính được làm hư hại được đánh giá là độ cứng phủ. Các kết quả được thể hiện trong bảng 8.

Độ bám dính

Độ bám dính giữa lớp phủ và nền polycarbonat được đánh giá thích hợp với ASTM D3359 (2007). Các kết quả được thể hiện trong bảng 8.

Trong Bảng này, 5B thể hiện rằng lớp phủ bị tróc ra là 0%, 3B thể hiện rằng lớp phủ bị tróc ra 5 đến 15%, và 1B thể hiện rằng lớp phủ bị tróc ra 35 đến 65%.

Đặc tính vật lý về kéo căng

Lớp phủ bị tróc ra khỏi nền polypropylen. Lớp phủ được sản xuất được đặt bằng tay có kích cỡ độ rộng 1 cm và chiều dài 10 cm, nhờ đó sản xuất mẫu

thử nghiệm. Thử nghiệm kéo căng được thực hiện sử dụng thiết bị thử nghiệm ứng suất và nén (được sản xuất bởi INTESCO Co., Ltd., Model205N) ở 23°C, tốc độ căng là 5 mm/phút, và khoảng cách giữa các mâm cặp là 50mm cho mẫu thử nghiệm. Độ bền kéo lớp phủ ở chỗ đứt (đơn vị: MPa) và độ giãn dài (đơn vị: %) được đo theo cách này.

Thử nghiệm hóa vàng NOx chịu nhiệt

Mảnh thử nghiệm lớp phủ, mà bị tróc ra khỏi nền polypropylen, được cho giữ nguyên trong lò tuần hoàn không khí nóng 90°C trong 1000 giờ. Sau đó, thử nghiệm phơi lộ được thực hiện với nồng độ NOx là 2.000ppm trong 2 giờ thích hợp với phương pháp thử nghiệm trong JIS L-0855 (2005). Sau đó, mảnh thử nghiệm để giữ nguyên tiếp trong vật chứa có nhiệt độ không đổi là 70°C và độ ẩm là 95% trong 24 giờ. Về bề ngoài sau khi được để giữ nguyên được quan sát bằng mắt.

Sau khi sấy tiếp ở áp suất giảm ở 60°C trong 24 giờ, độ giãn dài gây đứt được đo phù hợp với phương pháp thử nghiệm kéo căng được mô tả ở trên. Độ lưu giữ giãn dài (đơn vị: %) được tính toán bằng cách chia độ giãn dài gây đứt sau khi thử nghiệm cho độ giãn dài gây đứt trước khi thử nghiệm, và nhân kết quả với 100. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 8.

Về bề ngoài

Về bề ngoài của mảnh thử nghiệm sau khi thử nghiệm được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong bảng 8.

Tuyệt vời; Không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng, trở nên hơi trắng, dính, và biến dạng.

Bảng 8

Số	Ví dụ 40	Ví dụ 41	Ví dụ 42	Ví dụ 43	Ví dụ 44	Ví dụ 45	Ví dụ 40	Ví dụ so sánh 37	Ví dụ so sánh 38	Ví dụ so sánh 39	Ví dụ so sánh 40	Ví dụ so sánh 41
Polyisoxyanat	1,4-BIC	A	B	C	D	F	G	A	J	K	L	T
	Tỷ lệ chất đồng phân trans	82	82	82	72	72	93	82	82	82	67	97
	Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (1)	15	0,19	270	12	250	20	15	n.d.	0,07	12	18
	ppm											
Cải biến TMP												
Chế phẩm polyisoxyanat	Lượng polyisoxyanat	A6	B6	C6	D6	F6	G6	A6	J6	K6	L6	T6
	phần khối lượng	200,0	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	TMP	17,1	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Nồng độ nhóm isoxyanat	11,2	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Hàm lượng nồng độ chất rắn	75,2	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Độ nhớt@25°C	2300	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
Số												
Hình thành lớp phủ	Loại chế phẩm polyisoxyanat	A6	B6	C6	D6	F6	G6	A6	J6	K6	L6	T6
	Lượng chế phẩm polyisoxyanat được sử dụng	150	←	←	←	←	←	75,00	←	←	←	←
	Sản phẩm cộng 1,5-PDI-TMP	-	-	-	-	-	-	41,79	-	-	-	-
	Thành phần polyol	341,3	←	←	←	←	←	341,3	←	←	←	←

Chất làm ổn định	IRGANO X	phần khối lượng	1,47	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Tinuvin23 4	phần khối lượng	1,23	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	LA-72	phần khối lượng	0,74	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
Lớp phủ			A7	B7	C7	D7	F7	G7	U8	J7	K7	L7	S7	T7	
Độ cứng phủ			H	H	H	H	H	F	F	H	H	F	H	HB	
Độ bám dính			5B	5B	5B	5B	5B	5B	5B	5B	5B	5B	5B	5B	
Đặc tính vật lý về kéo căng	Cường độ	MPa	45	43	42	48	48	41	38	44	44	42	50	35	
	Độ giãn dài	%	5,8	5,8	5,7	6,2	6,2	5,0	8,0	5,6	5,8	5,5	6,4	4,3	
	Vết bề ngoại	Quan sát bằng mắt	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Dưới trung bình	Tốt	Kém	Tuyệt vời	Dưới trung bình	
	Độ cứng phủ		H	H	H	H	F	F	F	H	H	B	B	B	
	Độ giãn dài	%	5,2	5,2	5,1	5,4	5,2	4,4	7,3	4,9	5,2	4,5	5,1	3,6	
Sau khi thử nghiệm NOx chịu nhiệt			90	90	89	87	84	88	91	88	90	82	80	84	

Chi tiết về các cụm từ viết tắt trong các Bảng được thể hiện dưới đây.

TMP; trimethylolpropan (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

Điều chế và đánh giá về bột polyuretan

Ví dụ 53

Dựa trên công thức trộn của Bảng 9, EP-950P (polyete polyol, được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.), trietanol amin (TEOA)(được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.), dietanol amin (DEOA)(được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.), nước trao đổi ion, 33LV (chất xúc tác amin, được sản xuất bởi Air Products and Chemicals, Inc.), Niax A1 (chất xúc tác amin, được sản xuất bởi Momentive Performance Materials Inc.), UL-28 (chất xúc tác amin, được sản xuất bởi Momentive Performance Materials Inc.), Stanoct (thiếc octylat, được sản xuất bởi API Corporation), Y10366 (chất làm ổn định bột tạo ra từ silicon, được sản xuất bởi Momentive Performance Materials Inc.), Tinuvin765 (HALS được sản xuất bởi BASF), và JP-308; tris (2-ethylhexyl) phosphit (được sản xuất bởi JOHOKU CHEMICAL CO.,LTD) được cân, và được khuấy để được trộn đến khi trở nên đồng nhất, nhờ đó điều chế thể trộn lẫn nhựa từ trước. Sau đó, thể trộn lẫn nhựa từ trước được sản xuất được điều chỉnh đến 23°C.

Sau đó, 151,9 phần khối lượng của 1,4-BAC (A) được bổ sung vào thể trộn lẫn nhựa từ trước, và hỗn hợp được khuấy trong 15 giây thiết bị trộn bằng tay (số vòng quay 5000rpm) để điều chế chế phẩm bột polyuretan, và ngay sau khi điều chế, chế phẩm bột polyuretan được cho vào hộp bằng gỗ ngay lập tức tạo bột. Bột polyuretan (A8) được sản xuất theo cách này.

Các ví dụ 54 đến 58 và các ví dụ so sánh 47 đến 51

Các bột polyuretan (B8 đến T8) được điều chế theo cách tương tự như trong ví dụ 53 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong Bảng 9. Các bột được sản xuất trong các ví dụ 54 đến 58 và các ví dụ so sánh 47 đến 50. Trong khi đó, trong ví dụ so sánh 51, các ô bị vỡ trong khi tạo bột, và bột không được tạo ra.

Đánh giá

Độ co

Các bọt polyuretan được để giữ nguyên trong 2 ngày trong phòng có nhiệt độ là 23°C và độ ẩm tương đối là 55%, và các bọt polyuretan sau khi để giữ nguyên được quan sát bằng mắt về việc có hoặc không có co. Các bọt không co được đánh giá là Tuyệt vời, và các bọt co được đánh giá là KÉM. Các kết quả được thể hiện trong bảng 9.

Tỷ trọng biểu kiến

Khối hình hộp chữ nhật có kích cỡ $10 \times 10 \times 5$ cm được cắt từ phần giữa (lõi) của bọt polyuretan sau khi đánh giá co để tạo ra mẫu đo, và sau đó, tỷ trọng biểu kiến (đơn vị: kg/m^3) của mẫu đo được đo thích hợp với JIS K7222 (2005). Các kết quả được thể hiện trong bảng 9.

Độ cứng bọt 25%CLD

Độ cứng bọt (đơn vị: N/314 cm^2) được đo thích hợp với phương pháp D được mô tả trong JIS K-6400-2 (2012). Các kết quả được thể hiện trong Bảng 9.

Giá trị dòng khí

Bọt polyuretan sau khi đánh giá co được cắt thành tấm có độ dày là 10mm, và tiếp theo sau đó tấm được ép (các điều kiện ép: bọt polyuretan được cho đi qua hai trục lăn (khoảng cách 0,2mm)) để tạo ra mẫu đo giá trị dòng khí, và sau đó, giá trị dòng khí (đơn vị: $\text{cc/cm}^2/\text{s}$) của mẫu đo giá trị dòng khí được đo thích hợp với phương pháp A được mô tả trong JIS K6400-7 (2004). Các kết quả được thể hiện trong bảng 9.

Đặc tính vật lý về kéo căng

Độ bền kéo (đơn vị:kPa) và độ giãn dài (đơn vị: %) được đo bằng phương pháp được mô tả trong JIS K-6400 (2004). Các kết quả được thể hiện trong bảng 9.

Thử nghiệm hóa vàng NOx chịu nhiệt

Mảnh thử nghiệm bọt polyuretan được cho giữ nguyên trong lò tuần hoàn không khí nóng 80°C trong 1000 giờ. Sau đó, thử nghiệm phơi lộ được thực hiện với nồng độ NOx là 2.000ppm trong 2 giờ thích hợp với phương pháp

thử nghiệm trong JIS L-0855 (2005). Sau đó, mảnh thử nghiệm để giữ nguyên tiếp trong vật chứa có nhiệt độ không đổi là 70°C và độ ẩm 95% trong 24 giờ. Vẻ bề ngoài sau khi được để giữ nguyên được quan sát bằng mắt.

Sau khi sấy tiếp ở áp suất giảm ở 60°C trong 24 giờ, độ giãn dài gây đứt được đo phù hợp với phương pháp thử nghiệm kéo căng được mô tả ở trên. Độ lưu giữ giãn dài (đơn vị: %) được tính toán bằng cách chia độ giãn dài gây đứt sau khi thử nghiệm cho độ giãn dài gây đứt trước khi thử nghiệm, và nhân kết quả với 100. Các kết quả được thể hiện trong bảng 9.

Vẻ bề ngoài

Vẻ bề ngoài của mảnh thử nghiệm sau khi thử nghiệm được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong bảng 9.

Tuyệt vời; Không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng, trở nên hơi trắng, dính, và biến dạng.

Bảng 9

Số	Thành phần polyisoxyanat		Ví dụ 53	Ví dụ 54	Ví dụ 55	Ví dụ 56	Ví dụ 57	Ví dụ 58	Ví dụ so sánh 47	Ví dụ so sánh 48	Ví dụ so sánh 49	Ví dụ so sánh 50	Ví dụ so sánh 51
	1,4-BIC		A	B	C	D	F	G	J	K	L	S	T
Điều chế thể trộn lần nhựa từ trước	Tỷ lệ chất đồng phân trans	% mol	82	82	82	72	72	93	82	82	82	67	97
	Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (1)	ppm	15	0,19	270	12	250	20	n.d.	0,07	340	12	18
	Lượng thành phần isoxyanat	phần khối lượng	151,9	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	EP-950P	phần khối lượng	350,0	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	TEOA	phần khối lượng	7,0	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	DEOA	phần khối lượng	17,5	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Nước trao đổi ion	phần khối lượng	7,0	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	33LV	phần khối lượng	1,8	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	UL-28	phần khối lượng	0,5	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Stanoct	phần khối lượng	1,1	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
Chất xúc tác	Y10366	phần khối lượng	3,50	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Tinuvin76	phần khối lượng	4,20	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	5	phần khối lượng	3,50	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
Chất làm ổn định bột	JP-308	phần khối lượng	3,50	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←

Bột polyuretan		A8	B8	C8	D8	F8	G8	J8	K8	L8	S8	T8
Độ co		Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	-(Xếp)
	kg/m ³	52	52	52	49	49	55	52	52	52	48	-
Tỷ trọng biểu kiến		4,3	4,3	4,3	4	4	4,5	4,3	3,4	3,4	3,8	-
Độ cứng (25%CLD)		80	82	81	65	65	85	79	77	75	55	-
Giá trị dòng khí		92	88	90	95	95	85	90	91	92	95	-
Đặc tính vật lý về kéo căng	Cường độ											
	Độ giãn dài	95	90	92	98	98	88	93	92	92	100	-
Sau khi thử nghiệm NOx chịu nhiệt	Về bề ngoài	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	Tuyệt vời	Dưới trung bình	Tốt	Kém	Kém	-
	Độ giãn dài	78	75	73	78	75	68	75	75	66	75	-
	Độ lưu giữ giãn dài	82	83	79	80	77	77	81	82	72	75	-

Chi tiết về các cụm từ viết tắt trong các Bảng được thể hiện dưới đây.

EP-950P; polyete polyol (được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.)

TEOA; trietanol amin (được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.)

DEOA; dietanol amin (được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.)

33LV; chất xúc tác amin (được sản xuất bởi Air Products và Chemicals, Inc.)

Niax A1; chất xúc tác amin (được sản xuất bởi Momentive Performance Materials Inc.)

UL-28; chất xúc tác amin (được sản xuất bởi Momentive Performance Materials Inc.)

Stanoct; thiếc octylat (được sản xuất bởi API Corporation)

Y10366; chất làm ổn định bột silicon (được sản xuất bởi Momentive Performance Materials Inc.)

Tinuvin765; chất làm ổn định ánh sáng amin được cản (HALS)(được sản xuất bởi BASF)

JP-308; tris (2-etylhexyl) phosphit (được sản xuất bởi JOHOKU CHEMICAL CO.,LTD)

Điều chế và đánh giá sợi polyuretan

Tổng hợp tiền chất polyme (a9)

Bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào được nạp 24,9 phần khối lượng của 1,4-BIC (A) và 100,0 phần khối lượng của PEG2000U (polyetylen glycol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000, được sản xuất bởi NOF CORPORATION) được khử nước từ trước ở áp suất giảm, và hỗn hợp được khuấy trong môi trường nitơ ở 80°C trong 1 giờ. Dung dịch, trong đó 0,015 phần khối lượng của bimoto octylat (chất xúc tác, tên thương mại: NEOSTANN U-600, được sản xuất bởi Nitto Kasei) được pha loãng với DINA (được sản xuất bởi J-PLUS Co., Ltd.) tới 4% khối lượng, được bổ sung thêm, và hỗn hợp được cho phản ứng sao cho hàm lượng nhóm isoxyanat đạt tới 5,23% khối lượng, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme

polyuretan có đầu cuối là nhóm isoxyanat (a9) (được gọi đơn giản là tiền chất polyme (a9) trong phần dưới đây).

Tổng hợp elastome polyuretan (A9)

Bình chứa bằng thép không gỉ được nạp 100 phần khối lượng của tiền chất polyme (a9) có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 80°C, 1,06 phần khối lượng của GA-80 (chất làm ổn định chịu nhiệt được sản xuất bởi Sumitomo Chemical Co., Ltd.), 0,32 phần khối lượng của Tinuvin234 (chất hấp thụ tia tử ngoại được sản xuất bởi BASF), và 0,32 phần khối lượng của Adeka StabLA-72 (HALS được sản xuất bởi ADEKA), và hỗn hợp được khuấy và được trộn sử dụng thiết bị phân tán tốc độ cao ở 1000rpm trong khoảng 2 phút. Sau đó, chất kéo dài mạch là 5,34 phần khối lượng của 1,4-BD có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 80°C, 0,013 phần khối lượng của dung dịch trong đó bimut octylat (chất xúc tác, tên thương mại: NEOSTANN U-600, được sản xuất bởi Nitto Kasei) được pha loãng với DINA (được sản xuất bởi J-PLUS Co., Ltd.) tới 4% khối lượng, và hỗn hợp được khuấy và được trộn sử dụng thiết bị phân tán tốc độ cao ở 1000rpm trong khoảng 10 phút.

Tiếp theo, hỗn hợp chất lỏng phản ứng được rót vào thùng chứa làm bằng SUS có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 150°C, và phản ứng được thực hiện ở 150°C trong 1 giờ, và sau đó ở 100°C trong 23 giờ, nhờ đó sản xuất elastome polyuretan (A9).

Sau đó, elastome polyuretan (A9) được lấy ra khỏi thùng chứa, và được già hóa ở nhiệt độ không đổi và các điều kiện ẩm gồm nhiệt độ trong phòng là 23°C và độ ẩm tương đối là 55% trong 7 ngày.

Elastome polyuretan (A9) được sản xuất được cắt thành khối vuông bằng máy cắt khối, và nhựa được cắt thành khối được nghiền bằng máy nghiền. Các viên được nghiền được sấy trong luồng nitơ ở 80°C trong thời gian suốt ngày và đêm. Các dải được ép đùn sử dụng máy ép một trục (kiểu: SZW40-28MG, được sản xuất bởi Technovel Corporation) có nhiệt độ xy lanh nằm trong khoảng từ 150 đến 245°C, và chúng được cắt, nhờ đó sản xuất các viên elastome polyuretan (A9). Các viên được sản xuất được sấy trong luồng nitơ ở 80°C trong thời gian suốt ngày và đêm.

Nhựa nóng chảy được ép đùn để đo độ nhớt khô phù hợp với JIS K 7199 (1999) được cuộn lên một cách cơ học, nhờ đó sản xuất sợi polyuretan (A9).

Cụ thể, các viên elastome polyuretan (A9) được sấy ở áp suất giảm ở 80°C trong 15 giờ. Sử dụng lưu biến kế mao dẫn (CAPIROGRAPH 1C được sản xuất bởi Toyo Seiki Seisaku-sho), tang trống (đường kính trong: 9,55mm) được nạp các viên được sấy, và các viên được sấy được làm nóng chảy ở 220°C trong 3 phút là gia nhiệt sơ bộ, và sau đó được ép đùn ở tốc độ pitông là 5 mm/phút. Nhựa nóng chảy được ép đùn từ vòi (đường kính 1mm, độ dài 10mm) đầu ở xa tang trống được cuộn sử dụng máy cuộn tơ sợi (được sản xuất bởi Imoto Machinery Co., Ltd.), nhờ đó cuộn thành cuộn có đường kính là 90mm ở 700rpm.

Các ví dụ 60 đến 64 và các ví dụ so sánh 52 đến 56

Sợi polyuretan (B9 đến T9) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 59 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong Bảng 10.

Các đặc trưng xe sợi

Đường kính trung bình của tơ sợi, thời gian xe hiệu quả (thời gian xe lưới ngoài thời gian khi dừng cuộn dựa trên đứt tơ sợi, chẳng hạn) trong 10 phút, số lượng đứt tơ sợi, và mức độ dính kết tơ sợi sau khi cuộn được đánh giá dựa trên các tiêu chuẩn dưới đây.

• Tơ sợi có thể được lấy ra nhanh chóng khỏi trục cuộn. . . . Tuyệt vời

• Dính kết nhẹ được quan sát nhưng tơ sợi có thể lấy ra được. . . . Dưới trung bình

• Các tơ sợi dính kết với nhau, và tơ sợi không lấy ra được. . . . Kém

Thử nghiệm hóa vàng NOx chịu nhiệt

Sợi polyuretan được sản xuất với lượng là khoảng 3g được cuộn quanh vòng kẹp mẫu được mô tả trong JIS L-0855 (2005), và cho giữ nguyên trong lò tuần hoàn không khí nóng 90°C trong 1000 giờ. Sau đó, thử nghiệm phơi lộ được thực hiện với nồng độ NOx là 2.000ppm trong 2 giờ thích hợp với phương

pháp thử nghiệm theo JIS L-0855 (2005). Sau đó, mảnh thử nghiệm để giữ nguyên tiếp trong vật chứa có nhiệt độ và độ ẩm không đổi là 80°C và 95% trong 24 giờ. Vết bề ngoài sau khi cho giữ nguyên được quan sát bằng mắt.

Vết bề ngoài

Vết bề ngoài của mảnh thử nghiệm sau khi thử nghiệm được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 10.

Tuyệt vời; Không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng, trở nên hơi trắng, dính, và biến dạng.

Bảng 10

Đang 10													
Số	Vi dụ 59		Vi dụ 60	Vi dụ 61	Vi dụ 62	Vi dụ 63	Vi dụ 64	Vi dụ so sánh 52	Vi dụ so sánh 53	Vi dụ so sánh 54	Vi dụ so sánh 55	Vi dụ so sánh 56	
Thành phần polyisoxyanat	I,4-BJC	% mol	A	B	C	D	F	G	J	K	L	T	
		Tỷ lệ chất đồng phân trans	82	82	82	72	72	93	82	82	82	67	97
	Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (1)	ppm	15	0,19	270	12	250	20	n.d.	0,07	340	12	18
	Hình thành tiền chất polyime	Tiền chất polyime		a9	b9	c9	d9	f9	g9	j9	k9	l9	t9
Lượng thành phần isoxyanat		24,9	←	←	←	←	←	←	←	←	←		
Lượng thành phần polyol		PEG2000U	100,0	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
Chất xúc tác		4%U-600/DINA	0,015	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
Tiền chất polyime tổng lượng		124,9	←	←	←	←	←	←	←	←	←		
Phản ứng kéo dài mạch	Lượng Tiền chất polyime được sử dụng		100,0	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
	Chất kéo dài mạch	1,4-BD	5,34	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
	Chất xúc tác	4%U-600/DINA	0,013	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
	Chất làm ổn định	GA-80	1,06	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
		Tinuvin234	0,32	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
Elastome polyuretan	Adeka Stab LA-72		0,32	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
	Shore A		A9	B9	C9	D9	F9	G9	J9	K9	L9	T9	
			85	85	85	83	83	87	85	85	85	90	
			A9	B9	C9	D9	F9	G9	J9	K9	L9	T9	
			0	0	0	0	2	3	0	0	0	>10	
Xe	Nứt	Tình trạng dính kết	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Dưới trung bình	Tuyệt vời	Dưới trung bình	Tuyệt vời	
Sau khi thử nghiệm NOx chịu nhiệt	Vết bề ngoài		Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	Kém	Kém	Dưới trung bình	

Điều chế ure polyuretan rắn nhiệt

Ví dụ 65

Bình phản ứng được trang bị có ống cấp nitơ vào, nhiệt kế, đường chân không, và bộ khuấy được nạp 280,2 phần khối lượng của 1,4-BIC (A), 331,3 phần khối lượng của polytetrametylen ete glycol (tên thương mại: PolyTHF1000S, được sản xuất bởi BASF Japan) có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 1000, 244,8 phần khối lượng của polytetrametylen ete glycol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000 (tên thương mại: PolyTHF2000S, được sản xuất bởi BASF Japan), 2,57 phần khối lượng của IRGANOX 245 (chất làm ổn định chịu nhiệt được sản xuất bởi BASF), 1,71 phần khối lượng của Tinuvin234 (chất hấp thụ tia tử ngoại được sản xuất bởi BASF), và 1,28 phần khối lượng của Tinuvin765 (HALS được sản xuất bởi BASF), và hỗn hợp được khuấy trong môi trường nitơ ở 80 đến 85°C trong 1 giờ. Hơn nữa, 0,011 phần khối lượng của dung dịch trong đó dibutyltin dilaurat được pha loãng với diisononyl adipat (được sản xuất bởi J-PLUS Co., Ltd.) tới 4% khối lượng được đưa vào đó. Sau đó, khuấy được thực hiện ở 80°C, và phản ứng được thực hiện đến khi hàm lượng nhóm isoxyanat đạt tới 15,14% khối lượng. Sau đó, BYK088 (tác nhân chống tạo bọt được sản xuất bởi BYK Japan KK) được bổ sung, và khuấy được tiếp tục trong 10 phút. Sau đó, bước khử bọt được thực hiện ở chân không, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat.

Sau đó, bình phản ứng được trang bị ống cấp nitơ vào, nhiệt kế, đường chân không, và bộ khuấy được nạp 123,75 phần khối lượng của 4,4'-metylenbis[N-(1-metylpropyl)xyclohexanamin] (tên thương mại: CLEARLINK1000, được sản xuất bởi Dorf Ketel Chemicals) và 14,27 phần khối lượng của 4,4'-metylenbis(xyclohexylamin)(tên thương mại: WONDAMIN HM, được sản xuất bởi New Japan Chemical co., ltd.), và phần khoảng không là không khí trong vật chứa được thay thế hoàn toàn bằng nitơ, và sau đó hỗn hợp được khuấy ở nhiệt độ từ 20 đến 35°C trong khoảng 15 phút. Sau đó, bước khử bọt được thực hiện ở chân không, nhờ đó sản xuất thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính trọng lượng phân tử thấp (tác nhân hóa rắn amin).

Sau đó, sử dụng hai bơm bánh răng độ chính xác nhỏ, tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat được gia nhiệt tới 60°C và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính trọng lượng phân tử thấp (tác nhân hóa rắn amin) có nhiệt độ trong phòng được cấp riêng biệt vào một thiết bị trộn tĩnh (SM632 type: số lượng các phần tử = 32, đường kính trong = 7mm, tổng độ dài = 241mm) sao cho tiền chất polyme có đầu cuối là nhóm isoxyanat và thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính trọng lượng phân tử thấp được trộn đồng nhất bằng cách cho đi qua thiết bị trộn tĩnh.

Các tốc độ dòng của hai chất lỏng được thiết lập phù hợp với công thức trộn được thể hiện trong bảng 11. Chất lỏng hỗn hợp được xả ra từ phần đầu trên của thiết bị trộn tĩnh được rót vào khuôn đúc được gia nhiệt tới nhiệt độ là 60°C và có độ dày 2mm, và hỗn hợp được cho phản ứng ở 60°C trong 5 phút. Sau đó, sản phẩm được hóa rắn được lấy ra khỏi khuôn đúc, và sau khi thực hiện tiếp phản ứng ở 60°C trong 24 giờ, được già hóa ở nhiệt độ không đổi và các điều kiện ẩm là 23°C và độ ẩm tương đối là 50% trong 7 ngày, nhờ đó sản xuất tấm nhựa ure polyuretan rắn nhiệt (A10) (vật dụng đúc).

Các ví dụ 66 đến 70 và các ví dụ so sánh 57 đến 61

Các tấm nhựa ure polyuretan rắn nhiệt (B10 đến T10) được sản xuất theo cách tương tự như trong ví dụ 65 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong bảng 11.

Độ cứng: Shore D

Độ cứng Shore D được đo phù hợp với “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Các kết quả được thể hiện trong bảng 11 theo các giá trị bằng số.

Đặc tính vật lý về kéo căng

Thử nghiệm kéo căng được thực hiện sử dụng tấm mỏng được sản xuất thích hợp với phương pháp được mô tả trong “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Mẫu thử nghiệm được đột bằng tạ JIS-3, và độ bền kéo (đơn vị: MPa) và độ giãn dài (đơn vị: %) được đo sử dụng thiết bị thử nghiệm kéo căng (được sản xuất bởi Toyoseiki kogyo Co., Ltd., tên thương mại: thiết bị thử nghiệm kéo căng cao su tự động hoàn

toàn TYPE: AE-CT) ở các điều kiện là khoảng cách điểm chuẩn là 20mm và tốc độ căng là 300 mm/phút. Các kết quả được thể hiện trong bảng 11.

Thử nghiệm hóa vàng NOx chịu nhiệt

Mảnh thử nghiệm ure polyuretan rắn nhiệt được đặt trên tấm gương làm bằng SUS và để giữ nguyên trong lò tuần hoàn không khí nóng 80°C trong 1000 giờ. Sau khi hoàn thành thử nghiệm, mảnh thử nghiệm được già hóa trong phòng nhiệt độ và độ ẩm tương đối không đổi là 23°C và 50% trong 2 ngày, và sau đó được loại bỏ khỏi tấm gương. Sau đó, thử nghiệm phơi lộ được thực hiện với nồng độ NOx là 2.000ppm trong 2 giờ thích hợp với phương pháp thử nghiệm trong JIS L-0855 (2005). Sau đó, mảnh thử nghiệm để giữ nguyên tiếp trong vật chứa có nhiệt độ và độ ẩm không đổi là 70°C và 95% trong 24 giờ. Về bề ngoài sau khi được để giữ nguyên được quan sát bằng mắt.

Sau khi sấy tiếp mảnh thử nghiệm ở áp suất giảm ở 60°C trong 24 giờ, độ giãn dài gây đứt được đo phù hợp với phương pháp thử nghiệm kéo căng được mô tả ở trên. Độ lưu giữ giãn dài (đơn vị: %) được tính toán bằng cách chia độ giãn dài gây đứt sau khi thử nghiệm cho độ giãn dài gây đứt trước khi thử nghiệm, và nhân kết quả với 100. Các kết quả được thể hiện trong bảng 11.

Về bề ngoài

Về bề ngoài của mảnh thử nghiệm sau khi thử nghiệm được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong bảng 11.

Tuyệt vời; Không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng, trở nên hơi trắng, dính, và biến dạng.

Bảng 11

Số	Vi dụ 65												Vi dụ so sánh 61
	I,4-BIC		% mol	Vi dụ 66									
Thành phần polyisoxanat	Tỷ lệ chất đồng phân trans		82	82	72	72	93	82	82	82	67	97	
	Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (1)		15	0,19	270	12	250	20	n.d.	0,07	340	12	18
	Tiền chất polyme		a10	b10	c10	d10	f10	g10	j10	k10	l10	s10	t10
	Lượng thành phần isoxanat		Phần khối lượng	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Lượng thành phần polyol	PolyTHF100	331,3	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
		PolyTHF200	244,8	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Chất xúc tác	4%DBTDL/DINA	0,011	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
		IRGANOX245	2,57	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
	Chất làm ổn định	Tinuvin765	1,28	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
		Tinuvin234	1,71	←	←	←	←	←	←	←	←	←	←
Tiền chất polyme tổng lượng			Phần khối lượng	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
Lượng Tiền chất polyme được sử dụng			Phần khối lượng	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
Phân ứng kéo dài mạch	Chất kéo dài mạch	ClearLink1000	123,75	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
		WONDAMI N HM	14,27	←	←	←	←	←	←	←	←	←	
Polyuretan urea			A10	B10	C10	D10	F10	G10	J10	K10	L10	T10	
Độ cứng			55	55	55	53	53	57	55	55	52	59	

Đặc tính vật lý về kéo căng	Cường độ	MPa	38	38	39	37	38	39	37	38	38	39	38	38	34	30
	Độ giãn dài	%	520	500	470	530	500	480	510	500	420	560	320			
Sau khi thử nghiệm NOx chịu nhiệt	Vết bề ngoài	Quan sát bằng mắt	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	Tốt	Tuyệt vời	Dưới trung bình	Tốt	Kém	Kém	Tuyệt vời			
	Độ giãn dài	%	500	470	420	440	450	450	480	470	360	360	250			
	Độ lưu giữ giãn dài	%	96	94	89	83	90	94	94	94	86	64	78			

Tổng hợp và đánh giá về elastome polyuretan có thể thấm ẩm (TPU)

Ví dụ 71

• Tổng hợp Tiền chất polyme

Bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào được nạp 228,7 phần khối lượng của 1,4-BIC (A), và 683,5 phần khối lượng của PEG2000U (polyetylen glycol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000, được sản xuất bởi NOF CORPORATION) được khử nước trước ở áp suất giảm, và hỗn hợp được khuấy trong môi trường nitơ ở 80°C trong 1 giờ. Sau đó, 0,110 phần khối lượng của dung dịch trong đó bimoto octylat (chất xúc tác, tên thương mại: NEOSTANN U-600, được sản xuất bởi Nitto Kasei) được pha loãng với DINA (được sản xuất bởi J-PLUS Co., Ltd.) tới 4% khối lượng từ trước được bổ sung. Phản ứng sau đó được thực hiện ở 80°C đến khi hàm lượng nhóm isoxyanat đạt tới 7,7% khối lượng, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme polyuretan có đầu cuối là nhóm isoxyanat (a11) (được gọi đơn giản là tiền chất polyme (a11) trong phần dưới đây).

• Điều chế Elastome polyuretan (A11)

Bình chứa bằng thép không gỉ được nạp 900 phần khối lượng của tiền chất polyme (a11) có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 80°C, 9,92 phần khối lượng của IRGANOX 245 (chất làm ổn định chịu nhiệt được sản xuất bởi BASF), 2,95 phần khối lượng của Tinuvin234 (chất hấp thụ tia tử ngoại được sản xuất bởi BASF), và 2,95 phần khối lượng của Adeka StabLA-72 (HALS được sản xuất bởi ADEKA), và hỗn hợp được khuấy và được trộn sử dụng thiết bị phân tán tốc độ cao ở 1000rpm trong khoảng 2 phút. Sau đó, chất kéo dài mạch là 71,72 phần khối lượng của 1,4-BD có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 80°C được bổ sung vào đó, và hỗn hợp được khuấy và được trộn sử dụng thiết bị phân tán tốc độ cao ở 1000rpm trong khoảng 10 phút.

Tiếp theo, hỗn hợp chất lỏng phản ứng được rót vào thùng chứa làm bằng SUS có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 150°C, và phản ứng được thực hiện ở 150°C trong 1 giờ, và sau đó ở 100°C trong 23 giờ, nhờ đó sản xuất elastome polyuretan (A11).

Sau đó, elastome polyuretan (A11) được lấy ra khỏi thùng chứa, và được

già hóa ở nhiệt độ không đổi và các điều kiện ẩm gồm nhiệt độ trong phòng là 23°C và độ ẩm tương đối là 55% trong 7 ngày.

Elastome polyuretan được sản xuất (A11) được cắt thành khối vuông bằng máy cắt khối, và nhựa được cắt thành khối được nghiền bằng máy nghiền. Các viên được nghiền được sấy trong luồng nitơ ở 80°C trong thời gian suốt ngày và đêm. Các dải được ép đùn sử dụng máy ép một trục (kiểu: SZW40-28MG, được sản xuất bởi Technovel Corporation) có nhiệt độ xy lanh nằm trong khoảng 150 đến 245°C, và chúng được cắt, nhờ đó sản xuất các viên elastome polyuretan (A11). Các viên được sản xuất được sấy tiếp trong dòng nitơ ở 80°C trong thời gian suốt ngày và đêm.

Tiếp theo, đúc phun được thực hiện sử dụng máy đúc phun (kiểu: NEX-140, được sản xuất bởi NISSEI PLASTIC INDUSTRIAL CO., LTD.) ở các điều kiện dưới đây thiết lập cho số vòng quay trục vít là 80rpm và nhiệt độ tang trống là 150 đến 235°C: nhiệt độ khuôn đúc là 20°C, thời gian phun là 10 giây, tốc độ phun là 60mm/s, và thời gian làm mát là 45 giây. Tấm mỏng được sản xuất có độ dày là 2mm được già hóa ở nhiệt độ và các điều kiện ẩm không đổi gồm nhiệt độ trong phòng là 23°C và độ ẩm tương đối là 55% trong 7 ngày, nhờ đó sản xuất tấm mỏng elastome.

Trong khi đó, màng có độ dày là 20µm được tạo ra/được đúc bằng máy ép một trục được trang bị có khuôn hình chữ T từ các viên được sản xuất, ở số vòng quay của vít là 20rpm và nhiệt độ xy lanh nằm trong khoảng 200 đến 250°C.

Màng được sản xuất (độ dày 20µm) được già hóa ở nhiệt độ không đổi và các điều kiện ẩm gồm nhiệt độ trong phòng là 23°C và độ ẩm tương đối là 50% trong 7 ngày.

Đánh giá

Độ cứng: Shore A

Độ cứng Shore A được đo sử dụng tấm mỏng elastome phù hợp với “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Các kết quả được thể hiện trong bảng 12.

Đặc tính vật lý về kéo căng

Thử nghiệm kéo căng được thực hiện sử dụng tấm mỏng elastome được sản xuất phù hợp với phương pháp được mô tả trong “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Mẫu thử nghiệm được đột bằng tạ JIS-3, và độ bền kéo ở chỗ đứt (đơn vị: MPa) và độ giãn dài (đơn vị: %) được đo sử dụng thiết bị thử nghiệm kéo căng (được sản xuất bởi Toyoseiki kogyo Co., Ltd., tên thương mại: thiết bị thử nghiệm kéo căng cao su tự động hoàn toàn TYPE: AE-CT) ở các điều kiện dưới đây: khoảng cách điểm chuẩn là 20mm và tốc độ căng là 300mm/phút. Các kết quả được thể hiện trong bảng 12.

Khả năng thấm hơi nước của màng (đơn vị: $(g/m^2 \cdot 24h)$)

Các phép đo được thực hiện phù hợp với phương pháp được mô tả trong “Các phương pháp thử nghiệm JIS L-1099 cho khả năng thấm hơi nước của các nguyên liệu dệt” (2012) phương pháp A-1 (phương pháp canxi clorua) và phương pháp B-2 (phương pháp thay thế I cho phương pháp kali axetat). Sau đó, các giá trị được biến đổi trong 24 giờ. Các kết quả được thể hiện trong bảng 12.

Nhiệt độ hóa mềm của màng (đơn vị: °C)

Sử dụng thiết bị phân tích cơ nhiệt (được sản xuất bởi Seiko Instruments, kiểu: TMA/6600), nhiệt độ hóa mềm của màng elastome polyuretan dày 20μm được đo phù hợp với phương pháp được mô tả trong JIS K7196. Các kết quả được thể hiện trong bảng 12.

Bảng 12

Số				Ví dụ 71	
Thành phần polyisoxyanat		1,4-BIC		A	
		Tỷ lệ chất đồng phân trans	% mol	82	
		Hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) hàm lượng	ppm	15	
Hình thành tiền chất polyme	Tiền chất polyme			a11	
	Lượng thành phần isoxyanat		phần khối lượng	228,7	
	Lượng thành phần polyol	PEG2000	phần khối lượng	683,5	
	Chất xúc tác	4% U-600/DINA	phần khối lượng	0,110	
	Tiền chất polyme tổng lượng		phần khối lượng	972,5	
Phản ứng kéo dài mạch	Tiền chất polyme được nạp		phần khối lượng	900,0	
	R[NCO]/[OH]			1,05	
	Chất kéo dài mạch	1,4-BD	phần khối lượng	71,72	
	Chất làm ổn định	IRGANOX245	phần khối lượng	9,92	
		Tinuvin234	phần khối lượng	2,95	
		Adeka Stab LA-72	phần khối lượng	2,95	
Elastome polyuretan				A11	
Độ cứng			Shore A	86	
Đặc tính vật lý về kéo căng	Cường độ		MPa	45	
	Độ giãn dài		%	700	
Phương pháp A-1 khả năng thấm ẩm			g/m2•24h	6800	
Phương pháp B-1 khả năng thấm ẩm			g/m2•24h	130000	
TMA nhiệt độ hóa mềm			°C	170	

Tổng hợp và đánh giá về elastome polyuretan (TPU) cho khung đeo mắt

Ví dụ 72

• Tổng hợp tiền chất polyme

Bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào được nạp 324,2 phần khối lượng của 1,4-BIC (A), 81,0 phần khối lượng của 1,3-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan (TAKENATE 600, được sản

xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.), 215,3 phần khối lượng của PTG1000 (polytetrametylen ete glycol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 1000 được sản xuất bởi Hodogaya Chemical Co., LTD.) được khử nước trước ở áp suất giảm, và 215,1 phần khối lượng của PTG2000SN (polytetrametylen ete glycol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000, được sản xuất bởi Hodogaya Chemical Co., LTD.), và hỗn hợp được khuấy trong môi trường nitơ ở 80°C trong 1 giờ. Sau đó, 0,124 phần khối lượng của dung dịch trong đó thiếc octylat (chất xúc tác, tên thương mại: Stanoct, được sản xuất bởi API Corporation) được pha loãng trước với DINA (được sản xuất bởi J-PLUS Co., Ltd.) tới 4% khối lượng được bổ sung. Sau đó, phản ứng được thực hiện ở 80°C đến khi hàm lượng nhóm isoxyanat đạt tới 17,7% khối lượng, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme polyuretan có đầu cuối là nhóm isoxyanat (a12) (được gọi đơn giản là tiền chất polyme (a12) trong phần dưới đây).

• Điều chế Elastome polyuretan (A12)

Bình chứa bằng thép không gỉ được nạp 835,7 phần khối lượng của tiền chất polyme (a12) có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 80°C, 2,98 phần khối lượng của IRGANOX 245 (chất làm ổn định chịu nhiệt được sản xuất bởi BASF), 2,48 phần khối lượng của Tinuvin234 (chất hấp thụ tia tử ngoại được sản xuất bởi BASF), và 1,49 phần khối lượng của Adeka StabLA-72 (HALS được sản xuất bởi ADEKA), và hỗn hợp được khuấy và được trộn sử dụng thiết bị phân tán tốc độ cao ở 1000rpm trong khoảng 2 phút. Sau đó, chất kéo dài mạch là 157,3 phần khối lượng của 1,4-BD có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 80°C được bổ sung, và hỗn hợp được khuấy và được trộn sử dụng thiết bị phân tán tốc độ cao ở 1000rpm trong khoảng 10 phút.

Tiếp theo, hỗn hợp chất lỏng phản ứng được rót vào thùng chứa làm bằng SUS có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 120°C, và phản ứng được thực hiện ở 120°C trong 24 giờ, nhờ đó sản xuất elastome polyuretan (A12).

Sau đó, elastome polyuretan (A12) được lấy ra khỏi thùng chứa, và được già hóa ở nhiệt độ và các điều kiện ẩm không đổi gồm nhiệt độ trong phòng là 23°C và độ ẩm tương đối là 55% trong 7 ngày.

Elastome polyuretan được sản xuất (A12) được cắt thành khối vuông

bằng máy cắt khối, và nhựa được cắt thành khối được nghiền bằng máy nghiền. Các viên được nghiền được sấy trong luồng nitơ ở 80°C trong thời gian suốt ngày và đêm. Các dải được ép đùn sử dụng máy ép một trục (kiểu: SZW40-28MG, được sản xuất bởi Technovel Corporation) có nhiệt độ xy lanh nằm trong khoảng 150 đến 245°C, và chúng được cắt, nhờ đó sản xuất các viên elastome polyuretan (A12). Các viên được sản xuất được sấy tiếp trong dòng nitơ ở 80°C trong thời gian suốt ngày và đêm.

Tiếp theo, đúc phun được thực hiện sử dụng máy đúc phun (kiểu: NEX-140, được sản xuất bởi NISSEI PLASTIC INDUSTRIAL CO., LTD.) ở các điều kiện dưới đây thiết lập cho số vòng quay trục vít là 80rpm và nhiệt độ tang trống là 150 đến 235°C: nhiệt độ khuôn đúc là 20°C, thời gian phun là 10 giây, tốc độ phun là 60mm/s, và thời gian làm mát là 30 giây. Tấm mỏng được sản xuất có độ dày là 2mm được già hóa ở nhiệt độ không đổi và các điều kiện ẩm gồm nhiệt độ trong phòng là 23°C và độ ẩm tương đối là 55% trong 7 ngày, nhờ đó sản xuất tấm mỏng elastome.

Các ví dụ 73 đến 75 và các ví dụ so sánh 62 đến 63

Các tiền chất polyme (a13 đến l12) được tổng hợp theo cách tương tự như trong ví dụ 72 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong bảng 13, và các elastome polyuretan (A13 đến L12) được sản xuất.

Đánh giá

Độ cứng: Shore A

Độ cứng Shore A được đo phù hợp với “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Các kết quả được thể hiện trong bảng 13 theo các giá trị bằng số.

Đặc tính vật lý về kéo căng

Thử nghiệm kéo căng được thực hiện sử dụng tấm mỏng được sản xuất thích hợp với phương pháp được mô tả trong “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Mảnh thử nghiệm được đột bằng tạ JIS-3, và độ bền kéo ở chỗ đứt (đơn vị: MPa) và độ giãn dài (đơn vị: %) được đo sử dụng thiết bị thử nghiệm kéo căng (được sản xuất bởi Toyoseiki kogyo Co., Ltd., tên thương mại: thiết bị thử nghiệm kéo căng cao su

tự động hoàn toàn TYPE: AE-CT) ở các điều kiện dưới đây: khoảng cách điểm chuẩn là 20mm và tốc độ căng là 300 mm/phút. Các kết quả được thể hiện trong bảng 13.

Thử nghiệm va đập Izod

Các phép đo được thực hiện ở -30°C dựa trên phương pháp được mô tả phù hợp với “JIS K-7110 plastic-- Xác định độ bền va đập Izod” (1999), có rãnh khía và không có rãnh khía (loại A). Các kết quả được thể hiện trong bảng 13.

Nhiệt độ võng dưới tải trọng

Phép đo được thực hiện thích hợp với phương pháp B trong “JIS K7191-2 Plastic -- Xác định nhiệt độ võng có tải trọng – Phần 2: Plastic và ebonite plastic” (2007). Các kết quả được thể hiện trong bảng 13.

Truyền ánh sáng song song (đơn vị: %), Haze

Truyền phát sáng và độ mờ toàn phần (thích hợp với JIS K7105 (nguồn sáng: D₆₅)) của tấm elastome polyuretan dày 2mm được đo sử dụng dụng cụ đo Haze Meter (được sản xuất bởi Nippon Denshoku Industries Co., Ltd., kiểu: NDH 2000). Các kết quả được thể hiện trong bảng 13.

Tính chịu dung môi

Tấm phun được đặt bằng tay thành kích cỡ 3 × 7cm, được ngâm trong etanol (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.), và để giữ nguyên ở 23°C × độ ẩm tương đối 50% trong 72 giờ. Tỷ lệ thay đổi trọng lượng trước và sau khi ngâm được thể hiện trong bảng 13 là tỷ lệ phòng.

Thử nghiệm hóa vàng NOx chịu nhiệt

Mảnh thử nghiệm elastome polyuretan được cho giữ nguyên trong lò tuần hoàn không khí nóng 90°C trong 1000 giờ. Sau đó, thử nghiệm phơi lộ được thực hiện với nồng độ NOx là 2.000ppm trong 2 giờ thích hợp với phương pháp thử nghiệm trong JIS L-0855 (2005). Sau đó, mảnh thử nghiệm để giữ nguyên tiếp trong vật chứa có nhiệt độ và độ ẩm không đổi là 70°C và 95% trong 24 giờ. Vết bề ngoài sau khi được để giữ nguyên được quan sát bằng mắt.

Sau khi sấy tiếp ở áp suất giảm ở 60°C trong 24 giờ, độ giãn dài gây đứt được đo phù hợp với phương pháp thử nghiệm kéo căng được mô tả ở trên. Độ

lưu giữ giãn dài (đơn vị: %) được tính toán bằng cách chia độ giãn dài gây đứt sau khi thử nghiệm cho độ giãn dài gây đứt trước khi thử nghiệm, và nhân kết quả với 100. Các kết quả được thể hiện trong bảng 13.

Vẻ bề ngoài

Vẻ bề ngoài của mảnh thử nghiệm sau khi thử nghiệm được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 13.

Tuyệt vời; Không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng, trở nên hơi trắng, dính, và biến dạng.

Bảng 13

Số			Ví dụ 72	Ví dụ 73	Ví dụ 74	Ví dụ 75	Ví dụ so sánh 62	Ví dụ so sánh 63	
Thành phần polyisoxyanat	1,4-BIC		A	A	A	A	K	L	
	Tỷ lệ chất đồng phân trans	% mol	82	82	82	82	82	82	
	Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (1)	ppm	15	15	15	15	0,07	340	
Hình thành tiền chất polyme	Tiền chất polyme		a12	a13	a14	a15	k12	l12	
	Lượng thành phần isoxyanat	1,4-BIC	Phần khối lượng	324,2	156,8	423	300	324,2	324,2
		1,3-BIC	Phần khối lượng	81,0	-	-	75,0	81,0	81,0
		NBDI	Phần khối lượng	-	166,6	-	-	-	-
	Lượng thành phần polyol	PTG1000	Phần khối lượng	215,3	213,0	-	-	215,3	215,3
		PTG2000 SN	Phần khối lượng	215,1	212,7	-	-	215,1	215,1
		PCL210	Phần khối lượng	-	-	215,3	-	-	-
		UH-200D	Phần khối lượng	-	-	215,0	466,8	-	-
	Chất xúc tác	4% Stanoct/D INA	Phần khối lượng	0,124	0,124	0,124	0,124	0,124	0,124
	Tổng lượng tiền chất polyme		Phần khối lượng	835,7	749,2	853,4	841,9	835,7	835,7
Phản ứng kéo dài mạch	Tiền chất polyme được nạp		Phần khối lượng	835,7	749,2	853,4	841,9	835,7	835,7
	R[NCO]/[OH]		1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	
	Chất kéo dài mạch	1,4-BD	Phần khối lượng	157,3	243,9	-	151,0	157,3	157,3
		1,3-PD	Phần khối lượng	-	-	139,8	-	-	-
	Chất làm ổn định	IRGANO X 245	Phần khối lượng	2,98	2,98	2,98	2,98	2,98	2,98

		Tinuvin23 4	Phần khối lượng	2,48	2,48	2,48	2,48	2,48	2,48
		Adeka Stab LA- 72	Phần khối lượng	1,49	1,49	1,49	1,49	1,49	1,49
Elastome polyuretan				A12	A13	A14	A15	K12	L12
Độ cứng			Shore D	60	60	60	60	59	58
Đặc tính vật lý về kéo căng	Cường độ	MPa	40	38	33,5	42	37	28	
	Độ giãn dài	%	550	520	510	570	450	440	
Thử nghiệm va đập Izod -30°C	Có rãnh khía	kJ/m2	N.B.	N.B.	N.B.	N.B.	82	56	
	Không có rãnh khía	kJ/m2	N.B.	N.B.	N.B.	N.B.	N.B.	N.B.	
Nhiệt độ vồng có tải trọng			°C	58	58	59	62	56	52
Truyền phát sáng toàn phần			%	91	90	91	91	89	88
Haze				1,2	1,3	1.8	1,2	2.1	4.2
Tính chịu dung môi	Mức độ phồng 3 ngày sau khi ngâm (Tỷ lệ thay đổi trọng lượng)	Etanol	% trọng lượng	6,5	5,4	3,4	3,1	6	15
Sau khi thử nghiệm NOx chịu nhiệt		Vết bề ngoài	Quan sát bằng mắt	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	Kém
		Độ giãn dài	%	530	500	470	560	400	380
		Độ lưu giữ giãn dài	%	96	96	92	98	89	86

Chi tiết về các cụm từ viết tắt trong các bảng được thể hiện dưới đây.

NBDI; norbornan diisoxyanat tên thương mại: Cosmonate NBDI (được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.)

PTG1000; polytetrametylen ete glycol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 1000 (được sản xuất bởi Hodogaya Chemical Co., LTD.)

PTG2000SN; polytetrametylen ete glycol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000 (được sản xuất bởi Hodogaya Chemical Co., LTD.)

PCL210; poly (caprolactone) diol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 1000, tên thương mại: PLACCEL 210 (được sản xuất bởi Daicel Corporation.)

UH-200D; polycarbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 2000 tên thương mại: ETERNACOLL UH-200D (được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.)

1,4-BD; 1,4-butandiol (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

1,3-PD; 1,3-propandiol (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

Tổng hợp và đánh giá về nhựa polyuretan quang thấu kính đeo mắt

Ví dụ 76

• Tổng hợp tiền chất polyme

Bình bốn cổ được trang bị bộ khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống cấp nitơ vào được nạp 450,5 phần khối lượng của 1,4-BIC (A), 114,8 phần khối lượng của UH-50 (polycarbonatdiol có trọng lượng phân tử trung bình theo số là 500 được sản xuất bởi Ube Industries, Ltd.) được khử nước trước ở áp suất giảm, và 141,7 phần khối lượng của BPX-11 (polyol trong đó 2mol propylen oxit được bổ sung vào bisphenol A, được sản xuất bởi ADEKA), và phản ứng được thực hiện trong môi trường nitơ ở 80°C trong 5 giờ đến khi hàm lượng nhóm isoxyanat đạt tới 20,1% khối lượng, nhờ đó sản xuất tiền chất polyme polyuretan có đầu cuối là nhóm isoxyanat (a16) (được gọi đơn giản là tiền chất polyme (a16) trong phần dưới đây).

• Điều chế polyuretan (A16)

Bình chứa bằng thép không gỉ được nạp 707,1 phần khối lượng của tiền chất polyme (a16) có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 80°C, 4,97 phần khối lượng của IRGANOX 245 (chất làm ổn định chịu nhiệt được sản xuất bởi BASF), 0,99 phần khối lượng của Tinuvin234 (chất hấp thụ tia tử ngoại được sản xuất bởi BASF), 0,99 phần khối lượng của Adeka StabLA-72 (HALS được sản xuất bởi ADEKA), và dung dịch tác nhân xanh anthraquinon (tác nhân xanh (tên thương mại: Plast Blue 8514, được sản xuất bởi ARIMOTO CHEMICAL CO.,LTD.) được pha loãng với DINA tới 0,1% khối lượng): dung dịch tác nhân xanh anthraquinon được bổ sung sao cho toàn bộ chất lỏng hỗn hợp được chứa

Plast Blue với lượng là 0,6ppm. Hỗn hợp được khuấy và được trộn sử dụng thiết bị phân tán tốc độ cao ở 1000rpm trong khoảng 2 phút. Sau đó, chất kéo dài mạch là dung dịch hỗn hợp của 103,5 phần khối lượng của 1,4-BD có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 80°C và 182,4 phần khối lượng của BPX-11 được bổ sung vào đó, và hỗn hợp được khuấy và được trộn sử dụng thiết bị phân tán tốc độ cao ở 1000rpm trong khoảng 10 phút.

Tiếp theo, hỗn hợp chất lỏng phản ứng được rót vào thùng chứa làm bằng SUS có nhiệt độ được điều chỉnh sơ bộ là 120°C, và phản ứng được thực hiện ở 120°C trong 24 giờ, nhờ đó sản xuất polyuretan (A16).

Sau đó, polyuretan (A16) được lấy ra khỏi thùng chứa, và được già hóa ở nhiệt độ và các điều kiện ẩm không đổi gồm nhiệt độ trong phòng là 23°C và độ ẩm tương đối là 55% trong 7 ngày.

Polyuretan được sản xuất (A16) được cắt thành khối vuông bằng máy cắt khối, và nhựa được cắt thành khối được nghiền bằng máy nghiền. Các viên được nghiền được sấy trong luồng nitơ ở 80°C trong thời gian suốt ngày và đêm. Các dải được ép đùn sử dụng máy ép một trục (kiểu: SZW40-28MG, được sản xuất bởi Technovel Corporation) có nhiệt độ xy lanh nằm trong khoảng 150 đến 245°C, và chúng được cắt, nhờ đó sản xuất các viên polyuretan (A16). Các viên được sản xuất được sấy tiếp trong dòng nitơ ở 80°C trong thời gian suốt ngày và đêm.

Tiếp theo, đúc phun được thực hiện sử dụng máy đúc phun (kiểu: NEX-140, được sản xuất bởi NISSEI PLASTIC INDUSTRIAL CO., LTD.) ở các điều kiện dưới đây thiết lập cho số vòng quay trục vít là 80rpm và nhiệt độ tang trống là 150 đến 235°C: nhiệt độ khuôn đúc là 20°C, thời gian phun là 10 giây, tốc độ phun là 60mm/s, và thời gian làm mát là 30 giây. Tấm mỏng được sản xuất có độ dày là 2mm được già hóa ở nhiệt độ không đổi và các điều kiện ẩm gồm nhiệt độ trong phòng là 23°C và độ ẩm tương đối là 55% trong 7 ngày, nhờ đó sản xuất tấm polyuretan.

Các ví dụ 77 và 78 và các ví dụ so sánh 64 và 65

Các tiền chất polyme (a17 đến l13) được tổng hợp theo cách tương tự như trong ví dụ 76 dựa trên công thức trộn được thể hiện trong bảng 14, và

polyuretan (A14 đến L13) được sản xuất.

Đánh giá

Độ cứng: Shore A

Độ cứng Shore A được đo phù hợp với “Các phương pháp thử nghiệm JIS K-7311 cho các elastome polyuretan dẻo nhiệt” (1995). Các kết quả được thể hiện trong bảng 14 theo các giá trị bằng số.

Thử nghiệm va đập Izod

Các phép đo được thực hiện ở -30°C dựa trên phương pháp được mô tả phù hợp với “JIS K-7110 plastics -- Xác định độ bền va đập Izod” (1999), có rãnh khía và không có rãnh khía (loại A). Các kết quả được thể hiện trong bảng 14.

Nhiệt độ võng có tải trọng

Phép đo được thực hiện thích hợp với phương pháp B trong “JIS K7191-2 Plastics -- Xác định nhiệt độ võng có tải trọng – Phần 2: Plastic và ebonite plastic” (2007). Các kết quả được thể hiện trong bảng 14.

Các đặc tính quang học

Sự khúc xạ (ne) và số Abbe (ve) được đo sử dụng khúc xạ kế Pulfrich ở 20°C . Các kết quả được thể hiện trong bảng 14.

Truyền ánh sáng song song (đơn vị: %), Haze

Truyền phát sáng và độ mờ toàn phần (thích hợp với JIS K7105 (nguồn sáng: D_{65})) tấm elastome polyuretan dày 2mm được đo sử dụng dụng cụ đo Haze Meter (được sản xuất bởi Nippon Denshoku Industries Co., Ltd., kiểu: NDH 2000). Các kết quả được thể hiện trong bảng 14.

Tính chịu dung môi

Tấm phun được đặt bằng tạ thành kích cỡ $3 \times 7\text{cm}$, được ngâm trong etanol (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.), và để giữ nguyên ở $23^{\circ}\text{C} \times$ độ ẩm tương đối 50% trong 72 giờ. Tỷ lệ thay đổi trọng lượng trước và sau khi ngâm được thể hiện trong bảng 14 là tỷ lệ phồng.

Thử nghiệm hóa vàng NOx chịu nhiệt

Mảnh thử nghiệm elastome polyuretan được cho giữ nguyên trong lò

tuần hoàn không khí nóng 90°C trong 1000 giờ. Sau đó, thích hợp với phương pháp thử nghiệm trong JIS L-0855 (2005), thử nghiệm phơi lộ được thực hiện với nồng độ NO_x là 2.000ppm trong 2 giờ. Sau đó, mảnh thử nghiệm để giữ nguyên tiếp trong vật chứa có nhiệt độ và độ ẩm không đổi là 70°C và 95% trong 24 giờ. Vẻ bề ngoài sau khi được để giữ nguyên được quan sát bằng mắt. Các kết quả được thể hiện trong bảng 14.

Vẻ bề ngoài

Vẻ bề ngoài của mảnh thử nghiệm sau khi thử nghiệm được quan sát bằng mắt. Các chỉ tiêu đánh giá được thể hiện dưới đây. Các kết quả được thể hiện trong bảng 14.

Tuyệt vời; Không thay đổi

Tốt; hơi thay đổi

Dưới trung bình; thay đổi ít

Kém; thay đổi

Thay đổi nghĩa là hóa vàng, trở nên hơi trắng, dính, và biến dạng.

Bảng 14

Số				Ví dụ 76	Ví dụ 77	Ví dụ 78	Ví dụ so sánh 64	Ví dụ so sánh 65
Thành phần polyisoxyanat		1,4-BIC		A	A	A	K	L
		Tỷ lệ chất đồng phân trans	% mol	82	82	82	82	82
		Hàm lượng hợp chất được thể hiện bởi công thức (1)	ppm	15	15	15	0,07	340
Hình thành tiền chất polyme	Tiền chất polyme			a16	a17	a18	k13	l13
	Lượng thành phần isoxyanat	1,4-BIC	Phần khối lượng	450,5	316,5	509,5	316,5	316,5
		1,3-BIC	Phần khối lượng	-	316,5	-	316,5	316,5
		NBDI	Phần khối lượng	-	-	137,8	-	-
	Lượng thành phần polyol	UH-50	Phần khối lượng	114,8	81,4	81,5	81,4	81,4
		BPX-11	Phần khối lượng	141,7	-	-	-	-

Số				Ví dụ 76	Ví dụ 77	Ví dụ 78	Ví dụ so sánh 64	Ví dụ so sánh 65
			lượng					
	Chất xúc tác	4% Stanoct/DI NA	Phần khối lượng	0,124	-	-	-	-
	Tiền chất polyme tổng lượng		Phần khối lượng	707,1	714,4	728,8	714,4	714,4
Phản ứng kéo dài mạch	Tiền chất polyme được nạp		Phần khối lượng	707,1	714,4	728,8	714,4	714,4
	R[NCO]/[OH]			1,01	1,01	1,01	1,01	1,01
	Chất kéo dài mạch	1,4-BD	Phần khối lượng	103,5	278,7	264,3	278,7	278,7
		BPX-11	Phần khối lượng	182,4	-	-	-	-
	Chất làm ổn định	IRGANO X245	Phần khối lượng	4,97	4,97	4,97	4,97	4,97
		Tinuvin23 4	Phần khối lượng	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99
		Adeka Stab * LA- 72	Phần khối lượng	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99
	Chất phụ gia	Plast Blue 8514	ppm	0,60	0,60	0,60	0,60	0,60
	Polyuretan			A16	A17	A18	K13	L13
	Độ cứng		Shore D	80	80	80	78	77
	Thử nghiệm va đập Izod -30°C	Có rãnh khí	kJ/m2	21	35	15	10	6
		Không có rãnh khí	kJ/m2	70	52	40	35	28
	Nhiệt độ võng có tải trọng		°C	83	80	85	78	75
	Khúc xạ			1,59	1,56	1,57	1,58	1,57
	Số Abbe			55	53	55	51	50
Truyền phát sáng toàn phần			%	91	91	91	89	87
Haze				0,9	1,0	1,0	1,8	2,8
Tính chịu dung môi	Mức độ phồng 3 ngày sau khí ngâm (Tỷ lệ thay đổi trọng lượng)	Etanol	% trọng lượng	3,5	2,9	2,7	5,3	7,1
Sau khi thử nghiệm NOx chịu nhiệt		Vẽ bề ngoài	Quan sát bằng mắt	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tuyệt vời	Tốt	Kém

Chi tiết về các cụm từ viết tắt trong các bảng được thể hiện dưới đây.

1,3-BIC; 1,3-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan tên thương mại:

TAKENATE 600 (được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.)

NBDI; norbornan diisoxyanat tên thương mại: Cosmonate NBDI (được sản xuất bởi Mitsui Chemicals, Inc.)

1,4-BD; 1,4-butandiol (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

Các phương án minh họa của sáng chế được đưa ra trong phần mô tả ở trên chỉ nhằm mục đích minh họa và không được hiểu là giới hạn phạm vi sáng chế theo bất kỳ cách nào. Sự cải biến và thay đổi của sáng chế mà rõ ràng đối với người có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật sẽ nằm trong phạm vi yêu cầu bảo hộ dưới đây.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

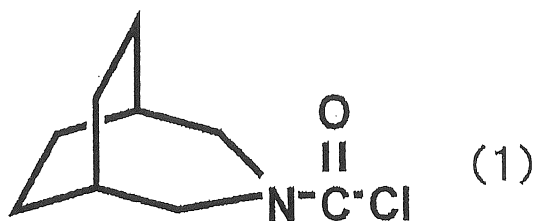
1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan, chế phẩm polyisoxyanat, nhựa polyuretan, và vật dụng đúc của sáng chế có thể được sử dụng trong nhiều ứng dụng khác nhau gồm có các elastome (dung dịch polyuretan, polyuretan chứa nước, đúc nóng chảy nhiệt (đúc quánh, đúc quay) bột uretan, các elastome uretan dẻo nhiệt (TPU), elastome uretan rắn nhiệt (TSU), uretan đúc phun, sợi co giãn sản xuất bằng phương pháp quay nóng chảy hoặc phương pháp quay khô), các loại sơn (chủ yếu là tác nhân hóa rắn gốc dung dịch, tác nhân hóa rắn gốc bột: sản phẩm cộng, alophanat, biuret, urethodion, polyisoxyanurat, iminooxadiazinedion và hỗn hợp của chúng), chất kết dính công nghiệp hoặc nóng chảy, vật liệu hàn, bột polyuretan, gel, và hơn nữa, có thể được sử dụng trong vật liệu đeo mắt, khung đeo mắt, và thấu kính của sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật liệu đeo mắt chứa nhựa polyuretan được sản xuất bằng cách cho thành phần polyisoxyanat phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính,

trong đó thành phần polyisoxyanat gồm:

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans với lượng 70% mol hoặc nhiều hơn và 95% mol hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của chất đồng phân cis và chất đồng phân trans, và hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây với lượng 0,1ppm hoặc nhiều hơn và 300ppm hoặc ít hơn:



và/hoặc

chế phẩm polyisoxyanat được sản xuất bằng cách cải biến 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans với lượng 70% mol hoặc nhiều hơn và 95% mol hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của chất đồng phân cis và chất đồng phân trans, và hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) với lượng 0,1ppm hoặc nhiều hơn và 300ppm hoặc ít hơn, trong đó 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được cải biến chứa ít nhất một nhóm chức trong số từ (a) đến (e) dưới đây:

- (a) nhóm isoxyanurat,
- (b) nhóm alophanat,
- (c) nhóm biuret,
- (d) nhóm uretan, và
- (e) nhóm ure.

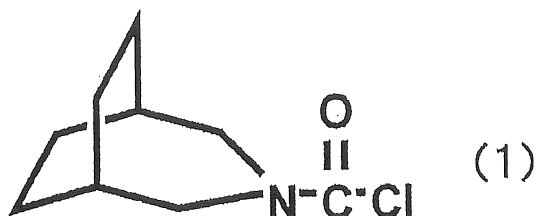
2. Vật liệu đeo mắt theo điểm 1, trong đó 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans với lượng 80% mol hoặc nhiều hơn và 93% mol hoặc

ít hơn tính theo tổng lượng của chất đồng phân cis và chất đồng phân trans.

3. Khung đeo mắt được sản xuất từ vật liệu đeo mắt,

vật liệu đeo mắt này chứa nhựa polyuretan được sản xuất bằng cách cho thành phần polyisoxyanat phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính, trong đó thành phần polyisoxyanat gồm:

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans với lượng 70% mol hoặc nhiều hơn và 95% mol hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của chất đồng phân cis và chất đồng phân trans, và hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây với lượng 0,1ppm hoặc nhiều hơn và 300ppm hoặc ít hơn:



và/hoặc

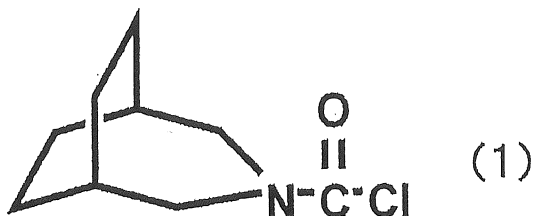
chế phẩm polyisoxyanat được sản xuất bằng cách cải biến 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans với lượng 70% mol hoặc nhiều hơn và 95% mol hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của chất đồng phân cis và chất đồng phân trans, và hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) với lượng 0,1ppm hoặc nhiều hơn và 300ppm hoặc ít hơn, trong đó 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được cải biến, chứa ít nhất một nhóm chức trong số từ (a) đến (e) dưới đây:

- (a) nhóm isoxyanurat,
- (b) nhóm alophanat,
- (c) nhóm biuret,
- (d) nhóm uretan, và
- (e) nhóm ure.

4. Thấu kính được sản xuất từ vật liệu đeo mắt chứa nhựa polyuretan được sản xuất bằng cách cho thành phần polyisoxyanat phản ứng với thành phần chứa nhóm hydro hoạt tính,

trong đó thành phần polyisoxyanat gồm:

1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans với lượng 70% mol hoặc nhiều hơn và 95% mol hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của chất đồng phân cis và chất đồng phân trans, và hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây với lượng 0,1ppm hoặc nhiều hơn và 300ppm hoặc ít hơn:

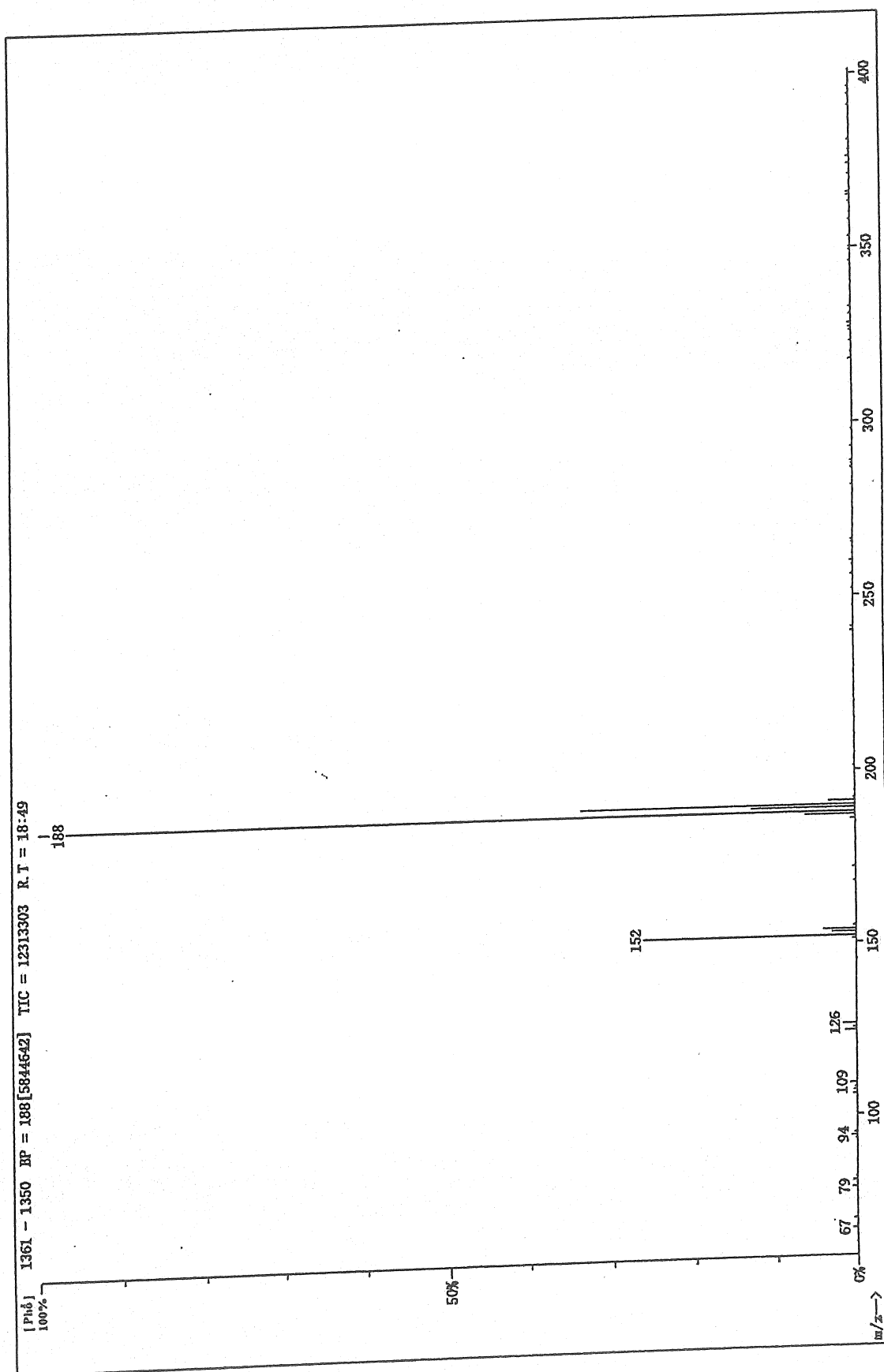


và/hoặc

chế phẩm polyisoxyanat được sản xuất bằng cách cải biến 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan chứa chất đồng phân trans với lượng 70% mol hoặc nhiều hơn và 95% mol hoặc ít hơn tính theo tổng lượng của chất đồng phân cis và chất đồng phân trans, và hợp chất được thể hiện bởi công thức (1) với lượng 0,1ppm hoặc nhiều hơn và 300ppm hoặc ít hơn, trong đó 1,4-bis(isoxyanatometyl)xyclohexan được cải biến, chứa ít nhất một nhóm chức trong số từ (a) đến (e) dưới đây:

- (a) nhóm isoxyanurat,
- (b) nhóm alophanat,
- (c) nhóm biuret,
- (d) nhóm uretan, và
- (e) nhóm ure.

FIG. 1



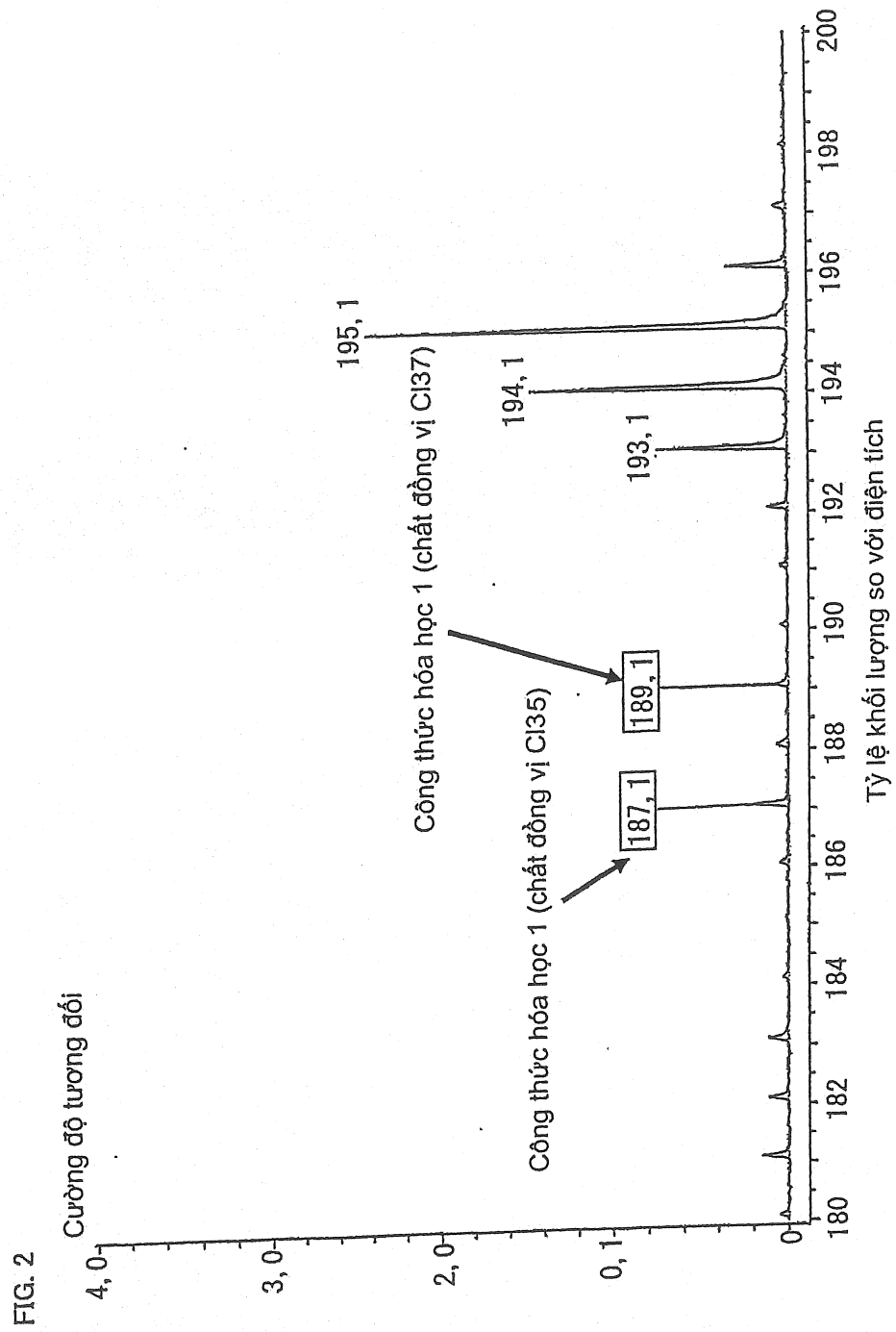


FIG. 3

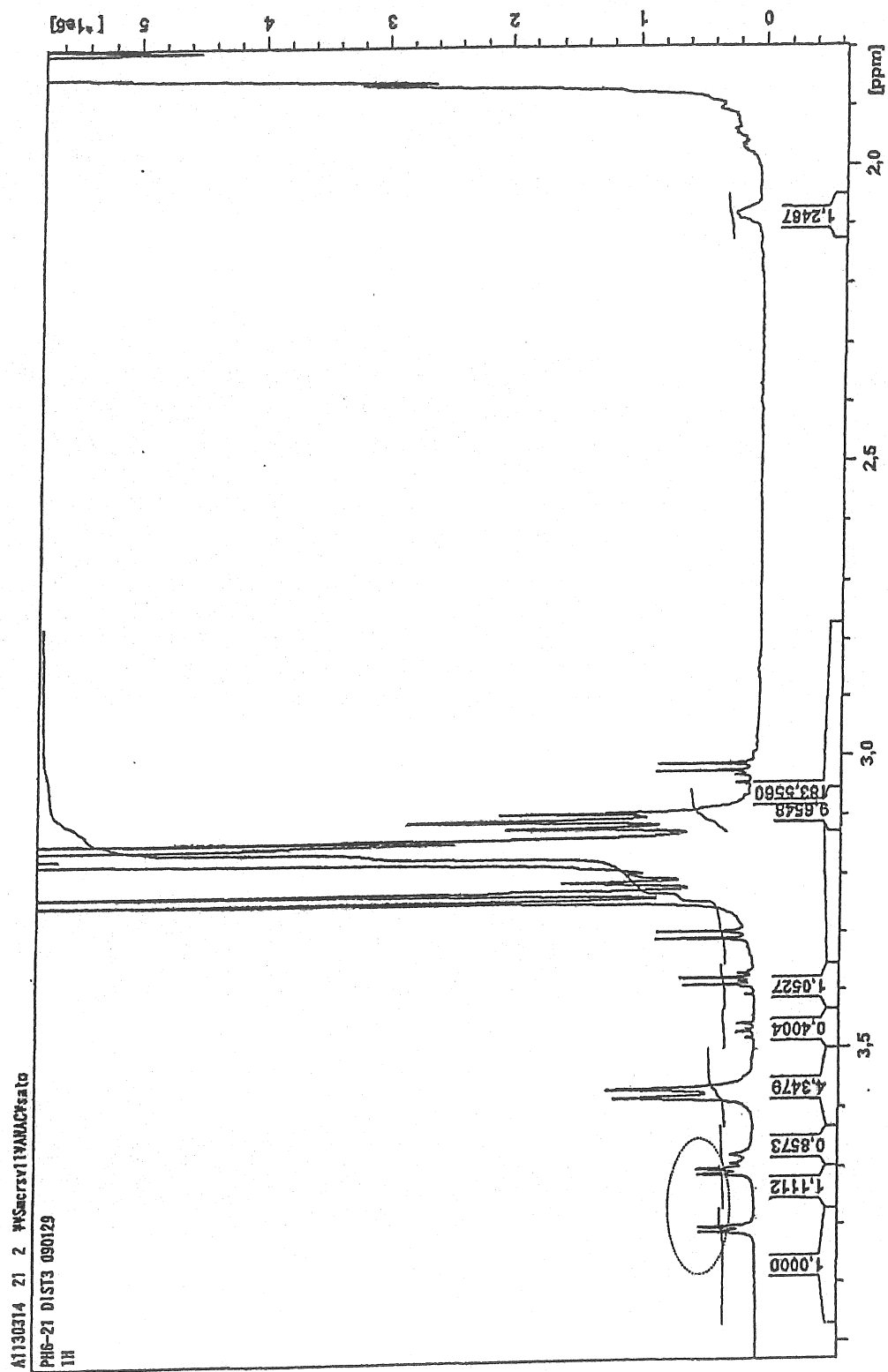


FIG. 4

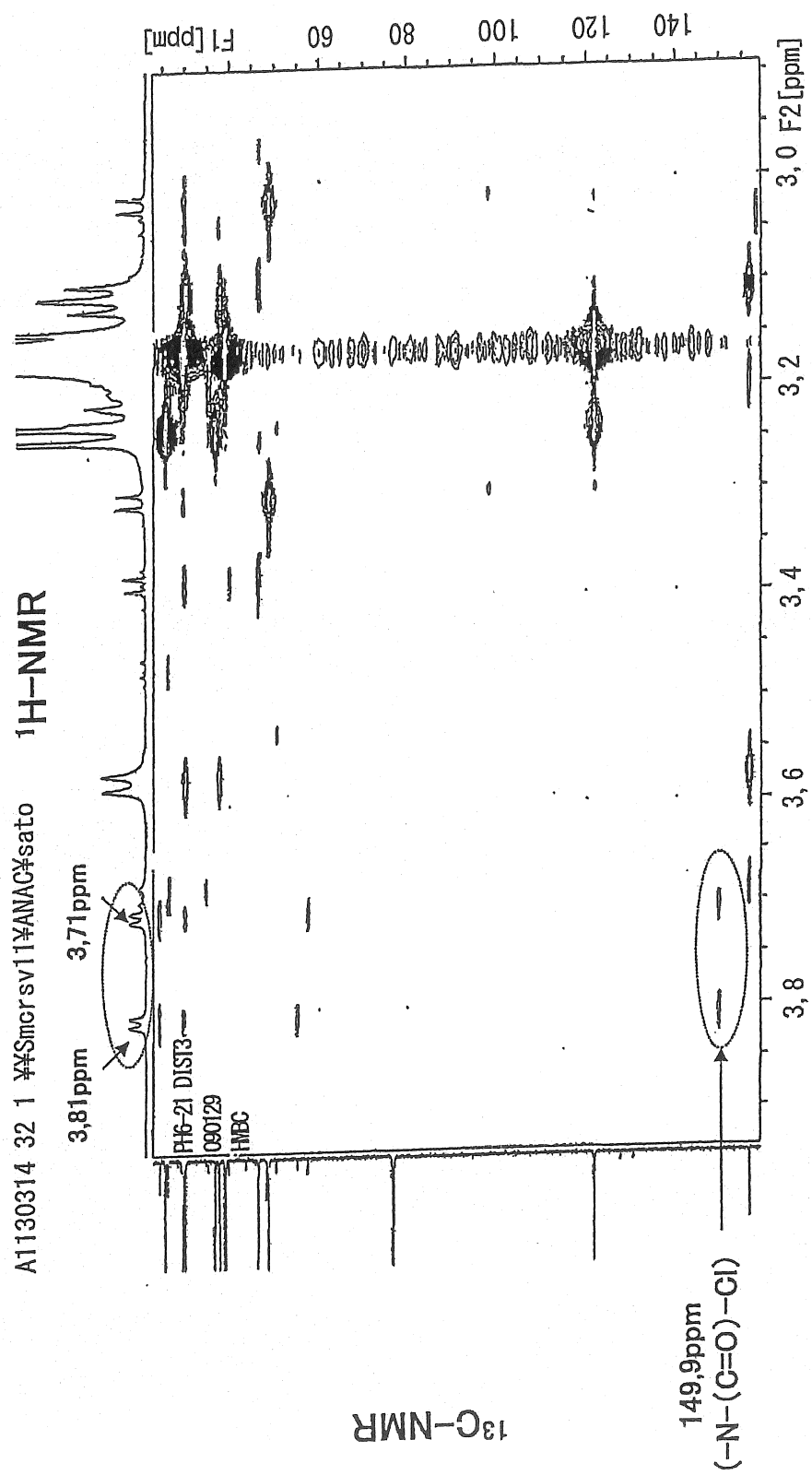


FIG. 5

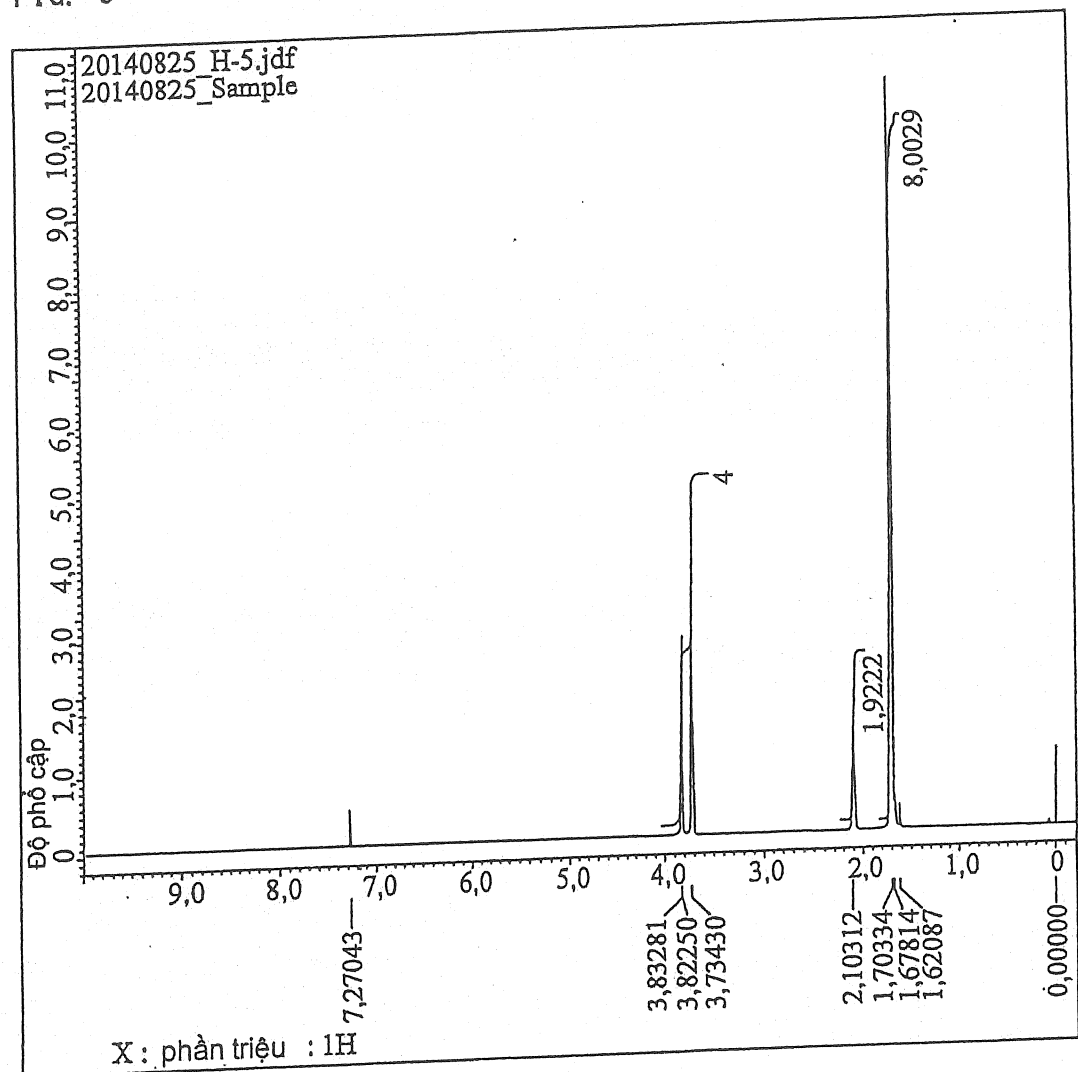
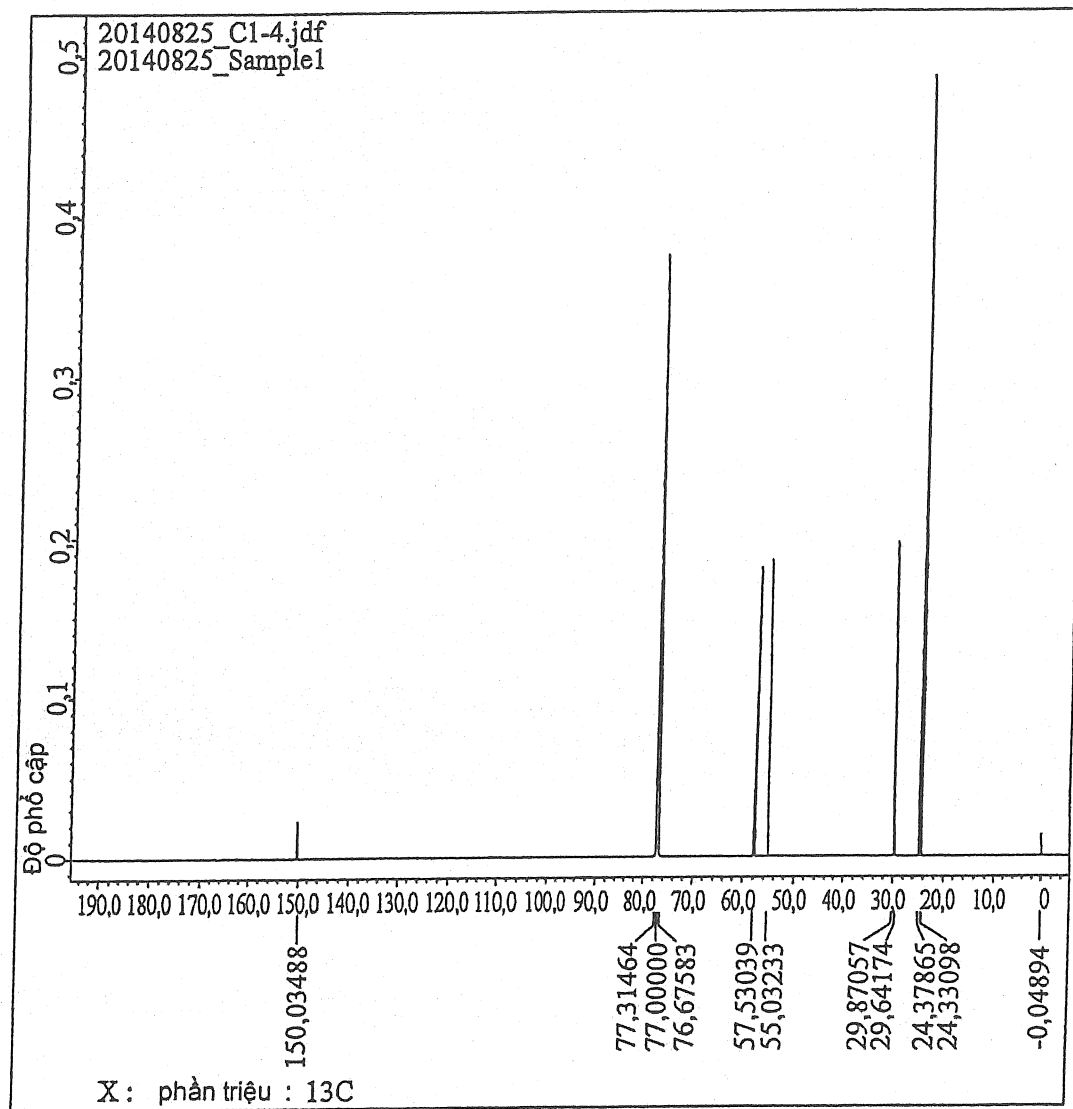


FIG. 6



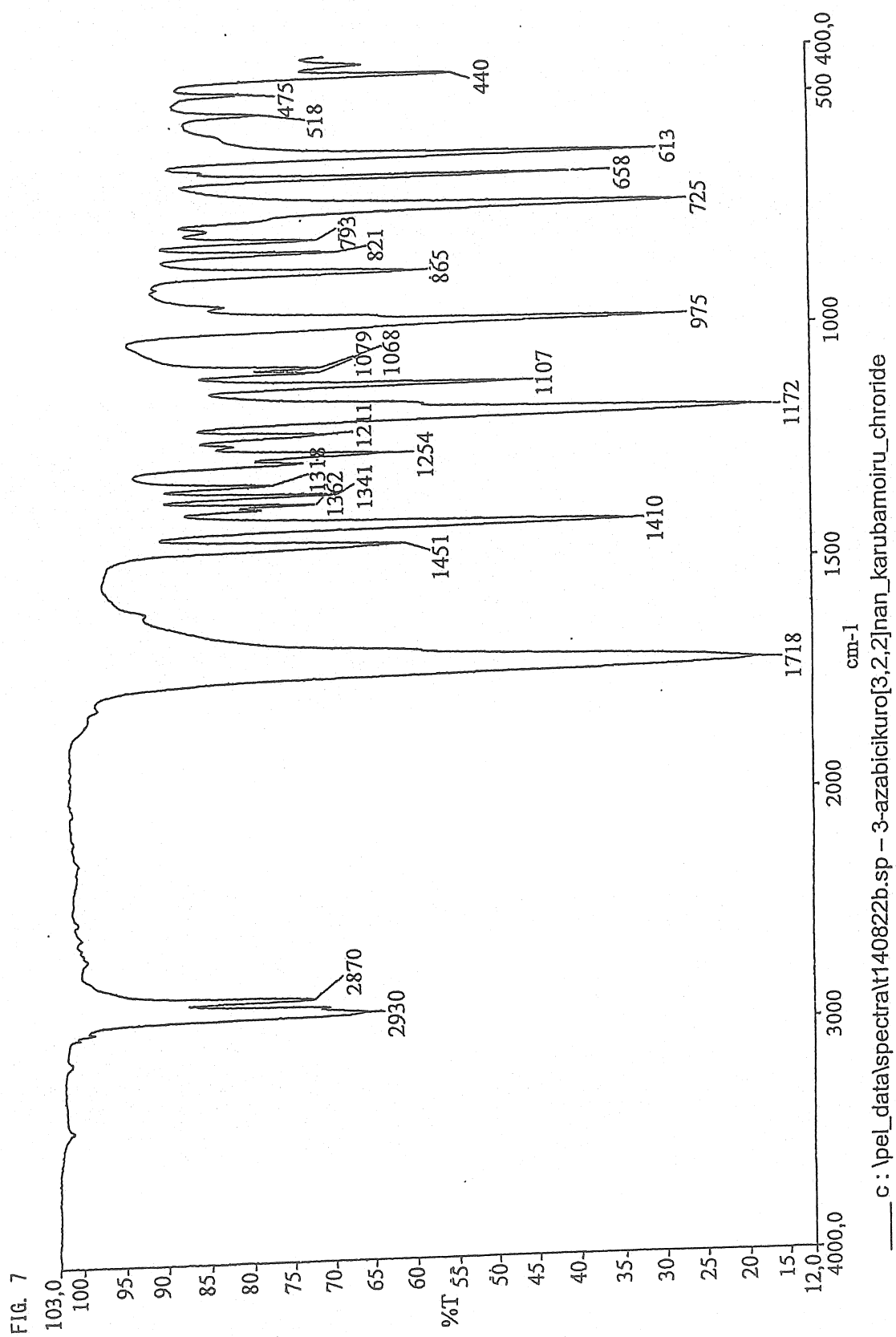


FIG. 8

