



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

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



1-0033255

(51)⁸ C09J 175/04; C09J 175/06; C08G 18/38 (13) B

-
- (21) 1-2018-02835 (22) 16/02/2017
(86) PCT/JP2017/005657 16/02/2017 (87) WO 2017/142008 A1 24/08/2017
(30) 2016-030406 19/02/2016 JP
(45) 25/09/2022 414 (43) 26/11/2018 368A
(73) Mitsui Chemicals, Inc. (JP)
5-2, Higashi-Shimbashi 1-chome, Minato-ku, Tokyo 105-7122 Japan
(72) NAKAGAWA, Junichi (JP); IMAI, Akihiro (JP); ANDO, Kazuhiro (JP);
NAKAGAWA, Toshihiko (JP); MORITA, Hirokazu (JP); YAMASAKI, Satoshi
(JP).
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)
-

- (54) CHẤT KẾT DÍNH VẬT LIỆU LỚP HAI THÀNH PHẦN LOẠI KHÔNG DUNG
MÔI CÓ THỂ HÓA RẮN VÀ SẢN PHẨM NHỰA ĐƯỢC HÓA RẮN
(57) Sáng chế đề cập đến chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có
thể hóa rắn chứa thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol. Thành phần
polyisoxyanat chứa dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, dẫn xuất của pentametylen
diisoxyanat chứa nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat, và tỷ lệ hàm lượng của nhóm
isoxyanurat đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat là
lớn hơn hoặc bằng 60mol và nhỏ hơn hoặc bằng 99mol. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến
sản phẩm nhựa được hóa rắn.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn và sản phẩm nhựa được hóa rắn, cụ thể là đến chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn và sản phẩm nhựa được hóa rắn được điều chế bằng cách hóa rắn chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Màng composit thu được bằng cách liên kết nhiều màng khác nhau bằng chất kết dính vật liệu lớp đã được sử dụng rộng rãi trong lĩnh vực vật liệu bao gói.

Chất kết dính hai thành phần có thể hóa rắn được điều chế từ thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol đã được biết đến rộng rãi là chất kết dính vật liệu lớp được sử dụng để kết dính màng composit.

Ví dụ, chất kết dính hai thành phần loại dung môi có thể hóa rắn chứa dung môi hữu cơ và chất kết dính hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn không chứa dung môi hữu cơ là đã được biết đến là chất kết dính hai thành phần có thể hóa rắn

Đối với chất kết dính hai thành phần loại dung môi có thể hóa rắn, chất kết dính hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn không cần đến bước làm khô để làm khô dung môi hữu cơ, nên chi phí cần thiết cho bước làm khô có thể được giảm bớt, và việc sử dụng dung môi hữu cơ có thể được giảm thiểu, do đó xét về lý do bảo vệ môi trường, thì có thể tiết kiệm nguồn nguyên liệu và môi trường làm việc có thể được cải thiện.

Ví dụ, chất kết dính chứa thành phần polyisoxyanat chứa tiền polyme uretan được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat thu được bằng phản ứng của diisoxyanat chứa diisoxyanat và diol chứa macrodiol, và dẫn xuất của hexametylen diisoxyanat, và thành phần polyol chứa polyuretan polyol thu được bằng phản ứng của diol chứa macrodiol, polyol liên kết ngang có ba hoặc nhiều nhóm hydroxyl, và diisoxyanat đã

được đề xuất là chất kết dính hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn (tài liệu tham khảo: ví dụ, tài liệu patent 1).

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn sáng chế Nhật chưa xét nghiệm số 2010-59362.

Vấn đề kỹ thuật của sáng chế

Xét về khả năng gia công, chất kết dính hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn nên có độ nhớt thấp ngay sau khi trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, và có thời gian bảo quản dài hơn cho đến khi sử dụng cho màng. Hơn nữa, xét về các đặc tính sử dụng liên tục và đặc tính cán mỏng, chất kết dính hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn là cần thiết để phát triển lực kết dính cao ngay sau khi sử dụng cho màng.

Đó là, trong trường hợp sử dụng và cán mỏng liên tục, chất kết dính hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn không chứa dung môi, nên độ nhớt của hàm lượng chất rắn cần phải được kiểm chế ở mức tương đối thấp, trong lúc đó chất kết dính hai thành phần loại dung môi có thể hóa rắn chứa dung môi, nên độ nhớt của hàm lượng chất rắn có thể tăng lên một cách tương đối và lực cố kết ban đầu có thể được tăng lên.

Sau đó, một cách tương đối thì trong trường hợp sử dụng và cán mỏng liên tục, chất kết dính hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn có lực cố kết ban đầu nhỏ, nên có một bất lợi là sự tách lớp (sự tách lớp xen giữa) xảy ra từ phần đầu của sản phẩm vật liệu lớp (màng composit) ở hình dạng đường hầm hoặc bề mặt kết dính của màng composit quán lẹch đi. Như vậy, lực kết dính của màng composit có thể là không đủ.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn có khả năng cải thiện các đặc tính sử dụng liên tục và

đặc tính cán mỏng, và sản phẩm nhựa được hóa rắn được điều chế bằng cách hóa rắn chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn.

Vì vậy, mục đích của sáng chế là đề xuất chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn có khả năng gia công tuyệt vời nhờ độ nhớt thấp của hỗn hợp lỏng ngay sau khi trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol và thời gian bảo quản dài của nó, có lực bám dính ngay lập tức sau khi sử dụng hỗn hợp chất lỏng, và còn có các đặc tính sử dụng liên tục và đặc tính cán mỏng tuyệt vời, và sản phẩm nhựa được hóa rắn của nó.

Ngoài ra, mục đích của sáng chế là đề xuất chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn có cùng một sức chịu đựng chứa như sức chịu đựng chứa được thể hiện trong Tài liệu sáng chế 1, và sản phẩm nhựa được hóa rắn của nó.

Giải pháp để giải quyết vấn đề

[1] Sáng chế bao gồm chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn chứa thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, trong đó thành phần polyisoxyanat chứa dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat này chứa nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat, và tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat là lớn hơn hoặc bằng 60mol và nhỏ hơn hoặc bằng 99mol.

[2] Sáng chế bao gồm chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn đã mô tả trong mục [1] nêu trên, trong đó nhóm alophanat được tạo ra từ pentametylen diisoxyanat và rượu bậc một.

[3] Sáng chế bao gồm chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn đã mô tả trong mục [1] hoặc [2] nêu trên, trong đó tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat là lớn hơn hoặc bằng 90mol và nhỏ hơn hoặc bằng 98mol.

[4] Sáng chế bao gồm chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn đã mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] nêu trên đến [3],

trong đó thành phần polyisoxyanat chứa tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat mà là sản phẩm phản ứng của diisoxyanat chứa diisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo và diol chứa diol có trọng lượng phân tử cao có trọng lượng phân tử trung bình số lớn hơn hoặc bằng 300 và nhỏ hơn hoặc bằng 2000.

[5] Sáng chế bao gồm chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn đã mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [4] nêu trên, trong đó độ nhớt của nó ở 70°C trong 2 phút sau khi trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol lớn hơn hoặc bằng 400mPa·s và nhỏ hơn hoặc bằng 1600mPa·s.

[6] Sáng chế bao gồm chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn đã mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [5] nêu trên, trong đó độ nhớt của nó ở 70°C trong 20 phút sau khi trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol nhỏ hơn hoặc bằng 4000mPa·s.

[7] Sáng chế bao gồm sản phẩm nhựa được hóa rắn là sản phẩm hóa rắn của chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn đã mô tả trong mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [6] nêu trên.

Hiệu quả của sáng chế

Chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế chứa thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, thành phần polyisoxyanat chứa dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat chứa nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat, và tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat là lớn hơn hoặc bằng 60mol và thấp hơn hoặc bằng 99mol.

Do đó, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế có độ nhớt thấp ngay sau khi trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, và có khả năng duy trì thời gian bảo quản dài cho tới khi sử dụng cho mặt bám và có khả năng cải thiện lực kết dính phát triển ngay sau khi sử dụng cho mặt bám, nên các đặc tính sử dụng và cán mỏng liên tục có thể được cải thiện.

Sản phẩm nhựa được hóa rắn theo sáng chế thu được từ chất kết dính vật liệu

lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn nêu trên, do vậy nó có lực kết dính tuyệt vời.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế được điều chế dưới dạng chất kết dính hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn, trong đó dung môi hữu cơ và nước là không có mặt, và thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol được điều chế riêng rẽ để được trộn lẫn ở thời điểm sử dụng nó.

Như vậy, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế chứa thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol.

Thành phần polyisoxyanat gần như không chứa dung môi như dung môi hữu cơ và nước, như vậy, gần như có hàm lượng chất rắn bằng 100% và chứa dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat (hỗn hợp dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat). Thuật ngữ “gần như không chứa dung môi” có nghĩa là cho phép chứa dung môi không thể tránh khỏi như dung môi của chất xúc tác và dung môi của chất phụ gia ở tỷ lệ, ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 0,5% trọng lượng.

Nhờ việc chứa dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat làm thành phần polyisoxyanat, lực kết dính tuyệt vời có thể được phát triển ngay sau khi sử dụng cho mặt bám (màng mỏng).

Ví dụ về pentametylen diisoxyanat bao gồm 1,2-pentametylen diisoxyanat, 1,3-pentametylen diisoxyanat, 1,4-pentametylen diisoxyanat, 1,5-pentametylen diisoxyanat, 2,3-pentametylen diisoxyanat, và 2,4-pentametylen diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng. Tốt hơn là, 1,5-pentametylen diisoxyanat được sử dụng.

Trong phần dưới đây, theo sáng chế, pentametylen diisoxyanat (sau đây, có thể được viết tắt là PDI) là 1,5-pentametylen diisoxyanat, nếu không có chỉ dẫn khác.

Pentametylen diisoxyanat không bị giới hạn cụ thể, và ví dụ, có thể được tạo ra theo ví dụ 1 trong bản mô tả của công bố sáng chế quốc tế số 2012/121291.

Dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat chứa nhóm isoxyanurat và nhóm

alophanat.

Như vậy, theo sáng chế, dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat là hỗn hợp dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat; chủ yếu chứa dẫn xuất isoxyanurat của pentametylen diisoxyanat; và chứa dẫn xuất isoxyanurat được biến đổi bởi alophanat của pentametylen diisoxyanat mà là sản phẩm phản ứng của dẫn xuất isoxyanurat của pentametylen diisoxyanat và rượu (được mô tả dưới đây) và/hoặc dẫn xuất alophanat của pentametylen diisoxyanat mà là sản phẩm phản ứng của pentametylen diisoxyanat (chưa phản ứng) và rượu (được mô tả dưới đây).

Trong dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat là lớn hơn hoặc bằng 60mol, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 80mol, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 85mol, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 90mol, đặc biệt tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 95mol, và nhỏ hơn hoặc bằng 99mol, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 98mol, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 97mol.

Nếu tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat nằm trong khoảng nêu trên, thì các đặc tính sử dụng liên tục và đặc tính cán mỏng có thể được cải thiện, và lực kết dính tuyệt vời ngay sau khi sử dụng cho màng có thể được phát triển.

Tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat có thể được tính từ tỷ lệ mol của nhóm alophanat với nhóm isoxyanurat trong dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat thu được từ biểu đồ phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR: nuclear magnetic resonance) đo được bằng phương pháp ^{13}C -NMR được thể hiện trong phần ví dụ thực hiện sáng chế được mô tả sau đây.

Trong dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, tỷ lệ hàm lượng của nhóm alophanat đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat là lớn hơn hoặc bằng 1mol, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 2mol, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 3mol, và nhỏ hơn hoặc bằng 40mol, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 20mol, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 15mol, còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 10mol, đặc biệt tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5mol.

Nếu tỷ lệ hàm lượng của nhóm alophanat nằm trong khoảng nêu trên, các đặc tính sử dụng liên tục và đặc tính cán mỏng có thể được cải thiện, và lực kết dính tuyệt vời ngay sau khi sử dụng cho màng có thể được phát triển.

Tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat có thể được tính từ tỷ lệ mol của nhóm alophanat với nhóm isoxyanurat trong dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat thu được từ biểu đồ NMR đo được bằng phương pháp ^{13}C -NMR được thể hiện trong phần ví dụ thực hiện sáng chế được mô tả sau đây.

Dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat cũng có thể chứa nhóm uretdion.

Như vậy, hỗn hợp dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat cũng có thể tùy ý chứa dẫn xuất uretdion của pentametylen diisoxyanat ngoài dẫn xuất isoxyanurat nêu trên và dẫn xuất isoxyanurat được biến đổi bởi alophanat nêu trên và/hoặc dẫn xuất alophanat nêu trên.

Trong dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat, ví dụ, là nhỏ hơn hoặc bằng 10mol, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5,0mol, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3,5mol.

Nếu tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion nằm trong khoảng nêu trên, thời gian bảo quản có thể được kéo dài, và khả năng gia công có thể được cải thiện.

Tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion có thể được tính từ tỷ lệ mol của nhóm uretdion với lượng tổng cộng của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat trong dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat thu được từ biểu đồ NMR đo được bằng phương pháp ^{13}C -NMR được thể hiện trong phần ví dụ thực hiện sáng chế được mô tả sau đây.

Dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat có thể chứa nhóm iminooxadiazindion.

Trong dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, tỷ lệ hàm lượng của nhóm iminooxadiazindion đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat, ví dụ, là nhỏ hơn hoặc bằng 1,0mol, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,5mol.

Dẫn xuất (hỗn hợp dẫn xuất) của pentametylen diisoxyanat cho phép monome pentametylen diisoxyanat chưa phản ứng có mặt ở tỷ lệ, ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 1,0

phần trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,5 phần trọng lượng đối với 100 phần trọng lượng của dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat.

Để tạo ra dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, khí trơ như nitơ được đưa vào pentametylen diisoxyanat để tạo ra môi trường khí trơ để sau đó tham gia vào phản ứng isoxyanurat.

Để tham gia vào phản ứng isoxyanurat, chất xúc tác isoxyanurat có thể được thêm vào cần được gia nhiệt. Vòng isoxyanurat có thể dễ dàng được tạo ra nhờ phản ứng uretan, nên tốt hơn là, rượu được thêm vào chất thứ nhất pentametylen diisoxyanat và rượu này vào phản ứng uretan.

Ví dụ về rượu bao gồm rượu bậc một và rượu bậc hai.

Ví dụ về rượu bậc một bao gồm rượu bậc một mạch thẳng và rượu bậc một mạch nhánh.

Ví dụ về rượu bậc một mạch thẳng bao gồm rượu bậc một mạch thẳng có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon (số lượng nguyên tử cacbon, sau đây, là như nhau) như metanol, etanol, n-propanol, n-butanol, n-pentanol, n-hexanol, n-heptanol, n-octanol, n-nonanol, n-decanol, n-undecanol, n-dodecanol (rượu laurylic), n-tridecanol, n-tetradecanol, n-pentadecanol, n-hexadecanol, n-heptadecanol, n-octadecanol (rượu stearyllic), n-nonadecanol, và eicosanol.

Ví dụ về rượu bậc một mạch nhánh bao gồm rượu bậc một mạch nhánh có từ 3 đến 20 nguyên tử cacbon như isopropanol, isobutanol (rượu isobutylic), sec-butanol, tert-butanol, isopentanol, isohexanol, isoheptanol, isooctanol, 2-ethylhexan-1-ol, isononanol, isodecanol, 5-ethyl-2-nonanol, rượu trimetylnonylic, 2-hexyldecanol, 3,9-diethyl-6-tridecanol, 2-isoheptylisoundecanol, 2-octyldodecanol, và alkanol mạch nhánh (có từ 5 đến 20 nguyên tử cacbon) khác.

Ví dụ về rượu bậc hai bao gồm rượu bậc hai mạch thẳng như etylen glycol, 1,3-propandiol, 1,4-butandiol (1,4-butylen glycol), 1,5-pentandiol, 1,6-hexandiol, 1,4-dihydroxy-2-buten, dietylen glycol, trietylen glycol, dipropylen glycol, và alkan diol mạch thẳng (có từ 7 đến 20 nguyên tử cacbon) khác; rượu bậc hai mạch nhánh như

1,2-propandiol, 1,3-butandiol (1,3-butylen glycol), 1,2-butandiol (1,2-butylen glycol), neopentyl glycol, 3-metyl-1,5-pentandiol, 2,2,2-trimetyl pentandiol, 3,3-dimetylol heptan, 2,6-dimetyl-1-octen-3,8-di-ol, và alkan diol mạch nhánh (có từ 7 đến 20 nguyên tử cacbon) khác; và rượu bậc hai có từ 2 đến 20 nguyên tử cacbon như 1,3- hoặc 1,4-xyclohexan dimetanol và hỗn hợp của chúng, 1,3- hoặc 1,4-xyclohexandiol hoặc hỗn hợp của chúng, bisphenol A hydro hóa, và bisphenol A.

Các rượu này có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều rượu trong số chúng.

Là rượu, tốt hơn là, rượu bậc một được sử dụng, tốt hơn nữa là, rượu bậc một mạch thẳng có từ 1 đến 20 nguyên tử cacbon và rượu bậc một mạch nhánh có từ 3 đến 20 nguyên tử cacbon được sử dụng. Còn tốt hơn nữa là, rượu bậc một mạch nhánh có từ 3 đến 20 nguyên tử cacbon được sử dụng, đặc biệt tốt hơn là, rượu isobutylic được sử dụng.

Khi rượu được thêm vào, độ nhớt (được mô tả dưới đây) của chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn thu được ở 70°C trong 2 phút sau khi (ngay sau khi) trộn và độ nhớt (được mô tả dưới đây) của nó ở 70°C trong 20 phút sau khi trộn lẫn có thể được giảm xuống, và thời gian bảo quản có thể được kéo dài.

Tỷ lệ trộn của rượu đối với 100 phần trọng lượng của pentametylen diisoxyanat, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 0,05 phần trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,10 phần trọng lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,15 phần trọng lượng, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 4,0 phần trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 2,5 phần trọng lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 1,5 phần trọng lượng, còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 1,0 phần trọng lượng, còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 0,70 phần trọng lượng, đặc biệt tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,50 phần trọng lượng.

Khi tỷ lệ trộn của rượu nằm trong khoảng nêu trên, tỷ lệ hàm lượng của dẫn xuất isoxyanurat được biến đổi bởi alophanat và/hoặc dẫn xuất alophanat của pentametylen diisoxyanat đối với dẫn xuất isoxyanurat của pentametylen diisoxyanat (đó là, tỷ lệ hàm lượng của nhóm alophanat trong dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat) có thể

được điều chỉnh, và do đó, các đặc tính sử dụng liên tục và đặc tính cán mỏng có thể được cải thiện, và lực kết dính tuyệt vời ngay sau khi sử dụng cho màng có thể được phát triển.

Về điều kiện của phản ứng uretan, nhiệt độ phản ứng, ví dụ, cao hơn hoặc bằng nhiệt độ trong phòng (ví dụ, 25°C), tốt hơn là cao hơn hoặc bằng 40°C, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 100°C, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 90°C trong môi trường khí trơ như khí nitơ và áp suất bình thường (áp suất khí quyển). Thời gian phản ứng, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 0,5 giờ, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1 giờ, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 10 giờ, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 6 giờ, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3 giờ.

Trong phản ứng uretan nêu trên, chất xúc tác uretan đã biết (ví dụ, amin, hợp chất cơ-kim, v.v.) có thể được trộn vào.

Theo cách này, có thể thu được pentametylen diisoxyanat trong đó một phần của nó được biến đổi bởi uretan (đó là, hỗn hợp dẫn xuất pentametylen diisoxyanat chứa pentametylen diisoxyanat được biến đổi bởi uretan và pentametylen diisoxyanat (chưa phản ứng)).

Tiếp theo, để tham gia vào phản ứng isoxyanurat, pentametylen diisoxyanat trong đó một phần của nó được biến đổi bởi uretan được tham gia phản ứng đóng vòng isoxyanurat trong điều kiện có mặt chất xúc tác isoxyanurat.

Ví dụ về chất xúc tác isoxyanurat bao gồm các hydroxit và các axit hữu cơ yếu của tetraalkylamoni của chúng như tetrametylamoni, tetraetylamoni, tetrabutylamoni, trimetylbenzylamoni, và tributylbenzylamoni; các hydroxit và các axit hữu cơ yếu của trialkylhydroxyalkylamoni của chúng như trimetylhydroxypropylamoni (còn được gọi là N-(2-hydroxypropyl)-N,N,N-trimetylamoni), trimetylhydroxyetylamoni, trietylhydroxypropylamoni, và trietylhydroxyetylamoni (ví dụ, N-(2-hydroxypropyl)-N,N,N-trimetylamoni-2-ethylhexanoat v.v.); muối kim loại (ví dụ, muối kim loại kiềm, muối magie, muối thiếc, muối kẽm, muối chì, v.v.) của axit alkylcarboxylic như axit axetic, axit caproic, axit octylic, axit myristic, và axit naphthenic; hợp chất chelat kim loại của β -diketon như nhôm axetylaxeton và lithi axetylaxeton; chất xúc tác Friedel-

Crafts như nhôm clorua và boron triflorua; các hợp chất cơ-kim khác như titan tetrabutylat và tributyl antimon oxit; và hợp chất chứa nhóm aminosilyl như hexametylsilazan.

Các chất xúc tác isoxyanurat này có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất xúc tác trong số chúng.

Về chất xúc tác isoxyanurat, tốt hơn nếu muối của axit hữu cơ yếu của trialkylhydroxyalkylamoni được sử dụng, tốt hơn nữa là, N-(2-hydroxypropyl)-N,N,N-trimetylamoni-2-etylhexanoat được sử dụng.

Tỷ lệ trộn của chất xúc tác isoxyanurat (chuyển hóa 100% hoạt chất) đối với 100 phần trọng lượng của pentametylen diisoxyanat, ví dụ, là lớn hơn hoặc bằng 0,001 phần trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,003 phần trọng lượng, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 0,1 phần trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,05 phần trọng lượng.

Về điều kiện phản ứng của phản ứng đóng vòng isoxyanurat, nhiệt độ phản ứng, ví dụ, cao hơn hoặc bằng 50°C, tốt hơn là cao hơn hoặc bằng 70°C, tốt hơn nữa là cao hơn hoặc bằng 80°C, và ví dụ, thấp hơn hoặc bằng 120°C, tốt hơn là thấp hơn hoặc bằng 100°C trong môi trường khí trơ như khí nitơ và áp suất bình thường (áp suất khí quyển). Thời gian phản ứng, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 5 phút, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10 phút, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 15 phút, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 120 phút, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 60 phút.

Trong phản ứng đóng vòng isoxyanurat nêu trên, khi đương lượng của nhóm isoxyanat đạt một tỷ lệ đã xác định trước được mô tả sau, ví dụ, chất kết thúc phản ứng được thêm vào chất lỏng phản ứng để khử hoạt tính chất xúc tác để kết thúc phản ứng đóng vòng isoxyanurat. Ví dụ về chất kết thúc phản ứng bao gồm axit phosphoric, axit monocloroaxetic, benzoyl clorua, axit dodexylbenzensulfonic, axit toluensulfonic (axit o- hoặc p-toluensulfonic), và dẫn xuất của chúng (ví dụ, methyl axit o- hoặc p-toluensulfonic v.v.), và toluensulfonamit (o- hoặc p-toluensulfonamit). Trong trường hợp này, chất hấp phụ hấp phụ chất xúc tác như nhựa chelat và nhựa trao đổi ion được thêm vào, nên phản ứng đóng vòng isoxyanurat cũng có thể được kết thúc.

Đương lượng của nhóm isoxyanat trong dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 160, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 165, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 300, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 250. Trọng lượng phân tử trung bình số của dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 300, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 450, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 1500, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 1000.

Khi đương lượng của nhóm isoxyanat nằm trong khoảng nêu trên, phản ứng của dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat có thể được điều chỉnh để có lượng phản ứng thích hợp, như vậy phản ứng tiếp theo của dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat cần thu được có thể bị ức chế, và độ hòa tan thích hợp và tính tương hợp thích hợp được đảm bảo, nên có thể thu được dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat có độ nhớt thích hợp mong muốn.

Đương lượng của nhóm isoxyanat là giống như đương lượng amin, và có thể thu được bằng phương pháp A hoặc phương pháp B của JIS K 1603-1 (2007) (sau đây, giống nhau). Đương lượng của nhóm isoxyanat có thể được chuyển đổi từ công thức của đương lượng của nhóm isoxyanat và công thức của đương lượng amin của JIS K 1603-1 (2007) thành tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanat. Trọng lượng phân tử trung bình số có thể được tính từ biểu đồ của sắc ký thẩm gel (sau đây, giống nhau).

Theo cách này, pentametylen diisoxyanat có thể được tham gia phản ứng isoxyanurat.

Trong phản ứng isoxyanurat, pentametylen diisoxyanat trong đó một phần của nó được biến đổi bởi uretan được tham gia phản ứng đóng vòng, nên dẫn xuất isoxyanurat được biến đổi bởi alophanat nêu trên và/hoặc dẫn xuất alophanat nêu trên cũng được tạo ra cùng với dẫn xuất isoxyanurat nêu trên.

Theo cách này, nhóm alophanat có mặt trong dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat được tạo ra từ pentametylen diisoxyanat và rượu. Như vậy, nhóm alophanat có mặt trong dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat là nhóm tạo phản ứng được tạo ra bởi phản ứng của pentametylen diisoxyanat và rượu. Về rượu để tạo ra nhóm alophanat, tốt hơn là, rượu bậc một có thể được sử dụng trong phản ứng uretan

nêu trên được sử dụng, tốt hơn nữa là, rượu isobutylic được sử dụng.

Bằng cách sử dụng rượu bậc một, khả năng gia công và lực kết dính ở thời điểm sử dụng có thể được cải thiện thêm.

Trong phản ứng isoxyanurat, có thể có trường hợp tại đó hai dẫn xuất pentametylen diisoxyanat phản ứng, và dẫn xuất uretdion của pentametylen diisoxyanat có nhóm uretdion được tạo ra dưới dạng sản phẩm phụ.

Trong phản ứng isoxyanurat nêu trên của pentametylen diisoxyanat, dẫn xuất iminooxadiazindion mà là chất đồng phân cấu trúc của dẫn xuất isoxyanurat có thể được tạo ra một chút dưới dạng sản phẩm phụ.

Trong phản ứng đóng vòng isoxyanurat nêu trên, để điều chỉnh phản ứng isoxyanurat, ví dụ, phosphit hữu cơ đã mô tả trong Công bố đơn patent Nhật chưa được xét nghiệm số S61-129173 cũng có thể được trộn vào dưới dạng chất xúc tác phụ trợ.

Ví dụ về phosphit hữu cơ bao gồm dieste phosphit hữu cơ và trieste phosphit hữu cơ. Cụ thể hơn, ví dụ về chúng bao gồm monophosphit như triethylphosphit, tributylphosphit, tridexylphosphit, tris(tridexyl)phosphit, triphenylphosphit, tris(nonylphenyl)phosphit, tris(2,4-di-t-butylphenyl)phosphit, và diphenyl(tridexyl)phosphit và di-, tri-, hoặc tetra-phosphit được tạo ra từ rượu đa chức như distearyl-pentaerythrityl-diphosphit, tripentaerythritol-triphosphit và tetraphenyl-dipropylenglycol-diphosphit.

Các phosphit hữu cơ này có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp bao gồm hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Tốt hơn là, monophosphit được sử dụng, tốt hơn nữa là, tridexylphosphit và tris(tridexyl)phosphit được sử dụng làm phosphit hữu cơ,

Tỷ lệ trộn của phosphit hữu cơ đối với 100 phần trọng lượng của pentametylen diisoxyanat, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,05 phần trọng lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,10 phần trọng lượng, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 1,0 phần trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,50

phần trọng lượng.

Trong phản ứng đóng vòng isoxyanurat nêu trên, ví dụ, chất làm ổn định phản ứng bao gồm chất chống oxy hóa phenol không tự do như 2,6-di(tert-butyl)-4-methylphenol (BHT), IRGANOX 1010, IRGANOX 1076, IRGANOX 1135, và IRGANOX 245 (trên đây, được sản xuất bởi BASF Japan Ltd., tên thương mại) cũng có thể được trộn vào khi cần thiết.

Tỷ lệ trộn của chất làm ổn định phản ứng đối với 100 phần trọng lượng của pentametylen diisoxyanat, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,05 phần trọng lượng, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 1,0 phần trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,10 phần trọng lượng.

Chất xúc tác phụ trợ nêu trên và chất làm ổn định phản ứng nêu trên cũng có thể được thêm vào trong phản ứng uretan nêu trên.

Trong phản ứng isoxyanurat nêu trên, dung môi phản ứng đã biết cũng có thể được trộn vào nếu cần.

Sau khi kết thúc phản ứng, pentametylen diisoxyanat chưa phản ứng (bao gồm cả chất xúc tác, dung môi phản ứng, và/hoặc chất khử hoạt tính của chất xúc tác, khi chất xúc tác, dung môi phản ứng, và/hoặc chất khử hoạt tính của chất xúc tác được trộn vào) được loại bỏ ra khỏi hỗn hợp phản ứng lỏng để thu được, ví dụ, bằng phương pháp đã biết như chưng cất bao gồm cả chưng cất màng mỏng (chưng cất Smith) và chiết, như vậy thu được dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat.

Sau khi loại bỏ pentametylen diisoxyanat chưa phản ứng, chất kết thúc phản ứng nêu trên dưới dạng chất làm ổn định cũng có thể được thêm vào dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat thu được với tốc độ thêm tùy ý.

Theo cách này, thu được dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat.

Dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat cũng có thể được điều chế bằng cách trộn hai hoặc nhiều dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat mỗi dẫn xuất có công thức khác nhau.

Độ nhớt ở 25°C của dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat thu được theo cách

như vậy, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 700mPa·s, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1000mPa·s, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1500mPa·s, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1800mPa·s, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 2200mPa·s, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 2000mPa·s, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 1950mPa·s.

Khi độ nhớt ở 25°C của dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat nằm trong khoảng nêu trên, độ nhớt (được mô tả dưới đây) ở 70°C trong 2 phút sau khi (ngay sau khi) trộn chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn thu được có thể được giảm.

Độ nhớt ở 25°C của dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat có thể được đo theo cách như được mô tả trong phần ví dụ thực hiện sáng chế được mô tả sau đây.

Thành phần polyisoxyanat có thể chứa một mình dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, và hơn nữa, có thể chứa polyisoxyanat khác và/hoặc dẫn xuất của nó ngoài dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat.

Ví dụ về polyisoxyanat khác và/hoặc dẫn xuất của nó bao gồm monome polyisoxyanat (ở đây, ngoại trừ pentametylen diisoxyanat) và dẫn xuất polyisoxyanat (ở đây, ngoại trừ dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat).

Ví dụ về monome polyisoxyanat bao gồm polyisoxyanat như polyisoxyanat thơm, polyisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo, polyisoxyanat vòng béo, và polyisoxyanat béo.

Ví dụ về polyisoxyanat thơm bao gồm diisoxyanat thơm như m- hoặc p-phenylen diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng, 2,4- hoặc 2,6-tolylen diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng (TDI), 4,4'-, 2,4'-, hoặc 2,2'-diphenylmetan diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng (MDI), 4,4'-toluidin diisoxyanat (TODI), 4,4'-diphenylete diisoxyanat, 4,4'-diphenyl diisoxyanat, và 1,5-naphtalen diisoxyanat (NDI).

Ví dụ về polyisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo bao gồm diisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo như 1,3- hoặc 1,4-xylylen diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng (XDI), 1,3- hoặc 1,4-tetrametylxylylen diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng (TMXDI), và ω,ω' -diisoxyanat-1,4-dietylbenzen.

Ví dụ về polyisoxyanat vòng béo bao gồm diisoxyanat vòng béo như 1,3-xyclopenten diisoxyanat, 1,4-xyclohexan diisoxyanat, 1,3-xyclohexan diisoxyanat, 3-isoxyanatometyl-3,5,5-trimetylxcyclohexyl isoxyanat (isophoron diisoxyanat: IPDI), 4,4'-, 2,4'-, hoặc 2,2'-dixyclohexylmetan diisoxyanat hoặc hỗn hợp của chúng (MDI hydro hóa), metyl-2,4-xyclohexan diisoxyanat, metyl-2,6-xyclohexan diisoxyanat, 1,3-, hoặc 1,4-bis(isoxyanatometyl) xyclohexan hoặc hỗn hợp của chúng (XDI hydro hóa), và norbornan diisoxyanat (NBDI).

Ví dụ về polyisoxyanat béo bao gồm diisoxyanat béo như trimetylen diisoxyanat, tetrametylen diisoxyanat, hexametylen diisoxyanat (HDI), 1,2-, 2,3-, hoặc 1,3-butylen diisoxyanat, và 2,4,4- hoặc 2,2,4-trimetylhexametylen diisoxyanat.

Các monome polyisoxyanat này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều monome này.

Ví dụ về dẫn xuất polyisoxyanat bao gồm các multime của monome polyisoxyanat nêu trên (ví dụ, dime, trime, pentame, heptame, v.v.); dẫn xuất alophanat của monome polyisoxyanat nêu trên (ví dụ, dẫn xuất alophanat v.v. được tạo ra bởi phản ứng của monome polyisoxyanat nêu trên và rượu); dẫn xuất biuret của monome polyisoxyanat nêu trên (ví dụ, dẫn xuất biuret v.v. được tạo ra bởi phản ứng của monome polyisoxyanat nêu trên, nước, hoặc amin); dẫn xuất ure của monome polyisoxyanat nêu trên (ví dụ, dẫn xuất ure, v.v., được tạo ra bởi phản ứng của monome polyisoxyanat nêu trên và diamin); dẫn xuất oxadiazintrion của monome polyisoxyanat nêu trên (ví dụ, dẫn xuất oxadiazintrion v.v. được tạo ra bởi phản ứng của monome polyisoxyanat nêu trên và khí axit cacbonic); dẫn xuất carbodiimit của monome polyisoxyanat nêu trên (ví dụ, dẫn xuất carbodiimit, v.v., được tạo ra bởi phản ứng ngưng tụ tách nhóm carboxyl của monome polyisoxyanat nêu trên); và dẫn xuất polyol của monome polyisoxyanat nêu trên (ví dụ, dẫn xuất polyol (sản phẩm cộng rượu) được tạo ra bởi phản ứng của monome polyisoxyanat nêu trên và polyol có trọng lượng phân tử thấp được mô tả sau (tốt hơn là, triol có trọng lượng phân tử thấp được mô tả sau), và dẫn xuất polyol (tiền polyme được ngắt mạch bởi nhóm polyisoxyanat) được tạo ra bởi phản ứng của monome polyisoxyanat nêu trên và polyol có trọng

lượng phân tử thấp được mô tả sau và/hoặc polyol có trọng lượng phân tử cao được mô tả sau (tốt hơn là, polyol có trọng lượng phân tử cao được mô tả sau), v.v.).

Các dẫn xuất polyisoxyanat này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều dẫn xuất nêu trên.

Các polyisoxyanat khác và/hoặc dẫn xuất của nó có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Là polyisoxyanat khác và/hoặc dẫn xuất của nó, tốt hơn là, dẫn xuất polyisoxyanat được sử dụng, tốt hơn nữa là, dẫn xuất polyol của monome polyisoxyanat được sử dụng, còn tốt hơn nữa là, tiền polyme được ngắt mạch bởi nhóm polyisoxyanat được sử dụng.

Tiền polyme được ngắt mạch bởi nhóm polyisoxyanat là tiền polyme uretan có hai hoặc nhiều nhóm isoxyanat ở một đầu của phân tử, và có thể thu được bằng cách cho polyisoxyanat (polyisoxyanat được chọn từ monome polyisoxyanat (ở đây, bao gồm cả pentametylen diisoxyanat) và dẫn xuất polyisoxyanat (ở đây, bao gồm cả dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat), tốt hơn là, polyisoxyanat được chọn từ monome polyisoxyanat) và polyol (được mô tả dưới đây) tham gia phản ứng uretan ở tỷ lệ sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/OH) của nhóm isoxyanat của polyisoxyanat đối với nhóm hydroxyl của polyol (được mô tả dưới đây) là lớn hơn 1, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 2 và nhỏ hơn hoặc bằng 100.

Phản ứng uretan có thể theo phương pháp đã biết. Trong phản ứng của monome polyisoxyanat và polyol (được mô tả dưới đây), tốt hơn là, monome polyisoxyanat chưa phản ứng được loại bỏ bằng phương pháp loại bỏ đã biết như phương pháp chưng cất màng mỏng.

Tốt hơn là, tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat được sử dụng làm tiền polyme được ngắt mạch bởi nhóm polyisoxyanat,

Cụ thể là, tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat là sản phẩm phản ứng thu được bằng phản ứng của diisoxyanat được minh họa trong polyisoxyanat nêu trên (diisoxyanat thơm, diisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo, diisoxyanat vòng béo,

và diisoxyanat béo) và diol nêu trên.

Trong tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat, trong diisoxyanat, tốt hơn là, có mặt diisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo và/hoặc dẫn xuất của nó, và/hoặc, diisoxyanat béo và/hoặc dẫn xuất của nó, tốt hơn nữa là, có mặt một mình diisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo và/hoặc dẫn xuất của nó.

Trong tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat, tốt hơn là, XDI (xylylen diisoxyanat) và/hoặc dẫn xuất của nó được sử dụng làm diisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo và/hoặc dẫn xuất của nó, tốt hơn nữa là, XDI được sử dụng.

Trong tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat, tốt hơn là, HDI (hexametylen diisoxyanat) và/hoặc dẫn xuất của nó được sử dụng làm diisoxyanat béo, tốt hơn nữa là, dẫn xuất của HDI được sử dụng, còn tốt hơn nữa là, dẫn xuất alophanat của HDI được sử dụng.

Trong tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat, trong diol, có mặt diol có trọng lượng phân tử thấp (được mô tả dưới đây) và/hoặc diol có trọng lượng phân tử cao (được mô tả dưới đây), tốt hơn là, có mặt diol có trọng lượng phân tử cao (được mô tả dưới đây), tốt hơn nữa là, có mặt polyeste diol (được mô tả dưới đây).

Tốt hơn nếu tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat là sản phẩm phản ứng của diisoxyanat chứa diisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo nêu trên và diol chứa diol có trọng lượng phân tử cao (được mô tả dưới đây). Cụ thể, ví dụ về tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat bao gồm sản phẩm phản ứng của diisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo và polyeste diol (được mô tả dưới đây), sản phẩm phản ứng của sản phẩm được biến đổi bằng alophanat của diisoxyanat béo và polyeste diol (được mô tả dưới đây), và hỗn hợp của chúng. Tốt hơn là, sản phẩm phản ứng của XDI và polyeste diol (được mô tả dưới đây), sản phẩm phản ứng của sản phẩm được biến đổi bằng alophanat của HDI và polyeste diol (được mô tả dưới đây), và hỗn hợp của chúng được sử dụng, tốt hơn nữa là, sản phẩm phản ứng của XDI và polyeste diol (được mô tả dưới đây) được sử dụng.

Đương lượng của nhóm isoxyanat của tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm

diisoxyanat, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 200, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 300, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 2000, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 1000. Trọng lượng phân tử trung bình số của tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 400, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 600, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 4000, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 2000.

Trong tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat, hàm lượng của diisoxyanat chưa phản ứng, ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 15% trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5% trọng lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 1% trọng lượng.

Hàm lượng của diisoxyanat chưa phản ứng, ví dụ, có thể thu được bằng phương pháp đo sắc ký lỏng tính năng cao (HPLC: high performance liquid chromatography).

Tỷ lệ hàm lượng của tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat đối với thành phần polyisoxyanat, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 3% trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 5% trọng lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 10% trọng lượng, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 90% trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 80% trọng lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 70% trọng lượng.

Thành phần polyisoxyanat có thể được điều chế bằng cách trộn dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, tốt hơn là trộn dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat với tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat. Cụ thể là, thành phần polyisoxyanat, ví dụ, có thể được điều chế bằng cách khuấy và trộn mỗi thành phần trong số các thành phần nêu trên trong môi trường khí trơ ở nhiệt độ đã xác định trước.

Đương lượng của nhóm isoxyanat của thành phần polyisoxyanat được điều chế theo cách như vậy, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 150, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 200, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 750, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 500.

Theo sáng chế, độ hoạt động trung bình của thành phần polyisoxyanat, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 2,00, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 2,10, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 2,90, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 2,80.

Thành phần polyol gần như không chứa dung môi như nước, như vậy, hàm lượng chất rắn gần bằng bằng 100%. Gần như không chứa dung môi cho phép chứa

dung môi không thể tránh được như dung môi của chất xúc tác và dung môi của chất phụ gia ở tỷ lệ, ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 0,5% trọng lượng.

Ví dụ về thành phần polyol (polyol) bao gồm polyol có trọng lượng phân tử thấp và polyol có trọng lượng phân tử cao.

Polyol có trọng lượng phân tử thấp là polyol có hai hoặc nhiều nhóm chức tức là polyol có hai hoặc nhiều nhóm hydroxyl và trọng lượng phân tử (trọng lượng phân tử trung bình số), ví dụ, nhỏ hơn 400, tốt hơn là nhỏ hơn 300, và thường lớn hơn hoặc bằng 60. Ví dụ về chúng bao gồm diol có trọng lượng phân tử thấp, triol có trọng lượng phân tử thấp, và polyol có trọng lượng phân tử thấp có bốn hoặc nhiều nhóm hydroxyl.

Diol có trọng lượng phân tử thấp là polyol hai chức có trọng lượng phân tử thấp có hai nhóm hydroxyl, và ví dụ về chúng bao gồm diol béo, diol vòng béo, và diol thơm.

Ví dụ về diol béo bao gồm etylen glycol, dietylen glycol, trietylen glycol, propylen glycol, dipropylen glycol, tripropylen glycol, 1,4-butandiol, 1,3-butandiol, 1,2-butandiol, 2-metyl-1,3-propandiol, 1,5-pentandiol, 3-metyl-1,5-pentandiol, 2,4-dietyl-1,5-pentandiol, 2,2,4-trimetylpentan-1,3-diol, 1,6-hexandiol, neopentyl glycol, 1,5-heptandiol, 1,7-heptandiol, 3,3'-dimetylolheptan, 1,8-octandiol, 1,9-nonandiol, 1,10-decandiol, 1,11-undecandiol, 1,12-undecandiol, và rượu 12-hydroxy stearyllic.

Ví dụ về diol vòng béo bao gồm bisphenol A hydro hóa, xylylendiol hydro hóa, xyclohexandiol, xyclohexandimetanol, và dime diol hydro hóa.

Ví dụ về diol thơm bao gồm bisphenol A, bishydroxyetyl terephtalat, catechol, resorxin, hydroquinon, và 1,3- hoặc 1,4-xylylendiol.

Các diol có trọng lượng phân tử thấp này có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều diol trong số chúng.

Triol có trọng lượng phân tử thấp là polyol ba chức có trọng lượng phân tử thấp có ba nhóm hydroxyl, và ví dụ về chúng bao gồm glyxerin, 2-metyl-2-hydroxymetyl-1,3-propandiol, 2,4-dihydroxy-3-hydroxymetylpentan, 1,2,6-hexantriol, trimetyloletan,

trimethylolpropan, 2-metyl-2-hydroxymetyl-1,3-propandiol, 2,4-dihydroxy-3-(hydroxymetyl)pentan, 2,2-bis(hydroxymetyl)-3-butanol, và triol béo (có từ 8 đến 24 nguyên tử cacbon) khác. Tốt hơn là, trimethylolpropan được sử dụng.

Các triol có trọng lượng phân tử thấp này có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều triol trong số chúng.

Ví dụ về polyol có trọng lượng phân tử thấp có bốn hoặc nhiều nhóm hydroxyl bao gồm tetramethylolmetan, pentaerythritol, dipentaerythritol, D-sorbitol, xylitol, D-manitol và D-manit.

Các polyol có trọng lượng phân tử thấp có bốn hoặc nhiều nhóm hydroxyl này có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Các polyol có trọng lượng phân tử thấp này có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều chất trong số chúng.

Polyol có trọng lượng phân tử cao là polyol hai hoặc nhiều chức có hai hoặc nhiều nhóm hydroxyl và trọng lượng phân tử trung bình số, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 300, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 400, và nhỏ hơn hoặc bằng 2000. Ví dụ về chúng bao gồm polyete polyol, polyeste polyol, polycacbonat polyol, acrylic polyol, epoxy polyol, polyol dầu tự nhiên, silicon polyol, flo polyol, polyolefin polyol, và polyuretan polyol. Tốt hơn là, polyeste polyol và polyuretan polyol được sử dụng.

Tốt hơn nữa, diol có trọng lượng phân tử cao có trọng lượng phân tử trung bình số, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 300, tốt hơn là, lớn hơn hoặc bằng 400 và nhỏ hơn hoặc bằng 2000 được sử dụng làm polyol có trọng lượng phân tử cao. Trong số các polyol có trọng lượng phân tử cao nêu trên, polyol (diol) hai chức được sử dụng làm diol có trọng lượng phân tử cao.

Trọng lượng phân tử trung bình số được hiệu chỉnh bằng polystyren chuẩn được đo bằng phương pháp sắc ký thẩm gel (GPC: gel permeation chromatograph).

Ví dụ về polyeste polyol bao gồm polyeste polyol thu được bằng phản ứng ngưng tụ hoặc phản ứng chuyển hóa este của rượu đa chức được chọn từ một hoặc hai

hoặc nhiều polyol có trọng lượng phân tử thấp nêu trên và axit đa chức, alkyleste của nó, anhydrit axit của nó, và halogenua axit của nó.

Ví dụ về axit đa chức bao gồm diacid như axit béo đa chức bao gồm cả axit oxalic, axit malonic, axit succinic, axit methylsuccinic, axit glutaric, axit adipic, 1,1-dimethyl-1,3-dicarboxypropan, axit 3-methyl-3-ethylglutaric, axit azelaic, axit sebaxic, axit dimer hydro hóa, axit maleic, axit fumaric, axit itaconic, và axit HET và axit thơm đa chức bao gồm cả axit orthophthalic, axit isophthalic, axit terephthalic, axit toluen dicarboxylic, axit naphtalen dicarboxylic, và axit dimer.

Ví dụ về alkyl este của axit đa chức bao gồm methyl este và etyl este của axit đa chức nêu trên.

Ví dụ về anhydrit axit bao gồm anhydrit axit được tạo ra từ axit đa chức nêu trên, và ví dụ về chúng bao gồm anhydrit oxalic, anhydrit succinic, anhydrit maleic, anhydrit phthalic, anhydrit 2-alkylic (có từ 12 đến 18 nguyên tử cacbon) succinic, anhydrit tetrahydrophthalic, và anhydrit trimellitic.

Ví dụ về halogenua axit bao gồm halogenua axit được tạo ra từ axit đa chức nêu trên, và ví dụ về chúng bao gồm oxalyl diclorua, diclorua adipat, và axit sebaxic diclorua.

Phản ứng ngưng tụ và phản ứng chuyển hóa este nêu trên có thể được thực hiện bằng cách sử dụng chất xúc tác este hóa đã biết trong các điều kiện phản ứng đã biết nếu cần.

Là polyeste polyol, ví dụ, polyeste polyol trên cơ sở dầu thực vật, thu được bằng cách cho axit hydroxycarboxylic như nhóm hydroxyl-chứa axit béo dầu thực vật chứa nhóm hydroxyl (ví dụ, axit béo của dầu thầu dầu chứa axit rixinoleic, axit béo của dầu thầu dầu được hydro hóa chứa axit 12-hydroxystearic, axit lactic, v.v.) tham gia phản ứng ngưng tụ trong các điều kiện đã biết với polyol có trọng lượng phân tử thấp nêu trên làm chất khơi mào, được sử dụng.

Hơn nữa, ví dụ về polyeste polyol bao gồm polyeste polyol như polycaprolacton polyol và polyvalerolacton polyol thu được bằng cách cho các lacton như ϵ -

caprolacton và γ -valerolacton và lactit như L-lactit và D-lactit tham gia quá trình polyme hóa mở vòng với polyol có trọng lượng phân tử thấp nêu trên làm chất khơi mào.

Các polyeste polyol này có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyeste polyol trong số chúng.

Là polyeste polyol, tốt hơn là, polyeste diol thu được bằng phản ứng ngưng tụ hoặc phản ứng chuyển hóa este của rượu bậc hai (tốt hơn là, diol béo) được chọn từ diol có trọng lượng phân tử thấp nêu trên và diaxit (tốt hơn là, hỗn hợp của axit béo đa chức và axit thơm đa chức), alkyleste của nó, anhydrit axit của nó, và halogenua axit của nó được sử dụng.

Trong polyeste polyol, anhydrit axit nêu trên được tham gia phản ứng mở vòng với một phần của nhóm hydroxyl ở một đầu của nó, và một phần của nhóm hydroxyl có thể được điều chế dưới dạng nhóm axit carboxylic cho mục đích cải thiện hơn nữa lực kết dính.

Polyuretan polyol có thể thu được bằng cách cho polyol có trọng lượng phân tử thấp và/hoặc polyol có trọng lượng phân tử cao nêu trên, và polyisoxyanat nêu trên (ở đây, bao gồm cả pentametylen diisoxyanat và dẫn xuất của nó) tham gia phản ứng uretan ở tỷ lệ sao cho tỷ lệ đương lượng (NCO/OH) của nhóm isoxyanat của diisoxyanat đối với nhóm hydroxyl của polyol có trọng lượng phân tử thấp nhỏ hơn 1.

In polyuretan polyol, là polyol có trọng lượng phân tử thấp và/hoặc polyol có trọng lượng phân tử cao, tốt hơn là, triol có trọng lượng phân tử thấp và polyeste polyol được sử dụng phối hợp.

Trong polyuretan polyol, tốt hơn là, diisoxyanat nêu trên được sử dụng làm polyisoxyanat, tốt hơn nữa là, diisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo được sử dụng, tốt hơn nữa là, XDI (xylylen diisoxyanat) được sử dụng.

Như vậy, tốt hơn là, polyuretan triol, thu được bằng cách cho triol có trọng lượng phân tử thấp nêu trên và polyeste polyol, và diisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo nêu trên tham gia phản ứng uretan, được sử dụng làm polyuretan polyol, cụ thể là,

polyuretan triol thu được bằng cách cho trimethylolpropan và polyeste polyol, và XDI tham gia phản ứng uretan được sử dụng.

Các polyuretan polyol này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyuretan polyol trong số chúng.

Các polyol có trọng lượng phân tử cao này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyol trong số chúng.

Tốt hơn nữa là, polyuretan polyol được sử dụng làm polyol có trọng lượng phân tử cao.

Đương lượng của nhóm hydroxyl của polyol có trọng lượng phân tử cao, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 150, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 200, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 10000, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 8000, và trọng lượng phân tử trung bình số của nó, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 300, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 400, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 30000, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 25000, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 2000.

Đương lượng của nhóm hydroxyl có thể được tính bằng cách thu trị số hydro từ phương pháp axetyl hóa, phương pháp phtalat hóa, v.v. theo phương pháp A hoặc phương pháp B của JIS K 1557-1 (sau đây, giống nhau). Trọng lượng phân tử trung bình số có thể thu được từ đương lượng của nhóm hydroxyl và độ hoạt động trung bình, và độ hoạt động trung bình có thể thu được từ chế phẩm nguyên liệu của polyol có trọng lượng phân tử cao (sau đây, giống nhau).

Các thành phần polyol này có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều polyol trong số chúng.

Trong chất kết dính hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế, ví dụ, axit phospho oxy, dẫn xuất của nó, và hợp chất kết hợp silan có thể được trộn trong một hoặc cả hai thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol nếu cần.

Trong axit phospho oxy và dẫn xuất của nó, ví dụ về axit phospho oxy bao gồm axit phosphoric như axit hypophosphoric, axit phosphorơ, axit orthophosphoric, và

axit hypophosphoric và axit phosphoric ngưng tụ như axit metaphosphoric, axit pyrophosphoric, axit tripolyphosphoric, axit polyphosphoric, và axit ultraphosphoric.

Ví dụ về dẫn xuất của axit phospho oxy bao gồm phosphat hoặc phosphat ngưng tụ như natri và kali; monoeste như monomethyl orthophosphat, monoethyl orthophosphat, monopropyl orthophosphat, monobutyl orthophosphat, mono-2-ethylhexyl orthophosphat, monophenyl orthophosphat, monomethyl phosphit, monoethyl phosphit, monopropyl phosphit, monobutyl phosphit, mono-2-ethylhexyl phosphit, và monophenyl phosphit; di- hoặc tri-este như di-2-ethylhexyl orthophosphat, diphenyl orthophosphat, trimethyl orthophosphat, triethyl orthophosphat, tripropyl orthophosphat, tributyl orthophosphat, tri-2-ethylhexyl orthophosphat, triphenyl orthophosphat, dimethyl phosphit, diethyl phosphit, dipropyl phosphit, dibutyl phosphit, di-2-ethylhexyl phosphit, diphenyl phosphit, trimethyl phosphit, triethyl phosphit, tripropyl phosphit, tributyl phosphit, tri-2-ethyl hexyl phosphit, và triphenyl phosphit; và mono-, di-, hoặc tri-este thu được từ axit phosphoric ngưng tụ và rượu.

Tốt hơn là, axit phosphoric được sử dụng làm axit phospho oxy hoặc dẫn xuất của nó, còn tốt hơn nữa là, axit orthophosphoric (axit phosphoric) được sử dụng.

Là axit phospho oxy hoặc dẫn xuất của nó, mỗi axit trong số các axit phospho oxy hoặc dẫn xuất của nó nêu trên có thể được sử dụng một mình hoặc dưới dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều axit trong số chúng. Tỷ lệ hàm lượng của axit phospho oxy hoặc dẫn xuất của nó đối với 100 phần trọng lượng của lượng tổng cộng của thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 0,001 phần trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần trọng lượng, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 3,0 phần trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 2,5 phần trọng lượng.

Hợp chất kết hợp silan, ví dụ, được biểu diễn bởi công thức cấu trúc: $R - Si \equiv (X)_3$ hoặc $R - Si \equiv (R')(X)_2$ (trong đó, R là nhóm hữu cơ có nhóm vinyl, nhóm epoxy, nhóm amino, nhóm imino, nhóm isoxyanat, hoặc nhóm mercapto; R' là nhóm alkyl thấp có từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon; và X là nhóm metoxy, nhóm etoxy, hoặc nguyên tử clo).

Cụ thể là, ví dụ về hợp chất kết hợp silan bao gồm clorosilan như

vinyltrichlorosilan; epoxysilan như γ -glyxidoxypropyltrimetoxysilan, γ -glyxidoxypropyltriethoxysilan, β -(3,4-epoxyxyclohexyl)ethyltrimetoxysilan, và di(γ -glyxidoxypropyl)dimetoxysilan; aminosilan như N- β -(aminoethyl)- γ -aminopropyltrimetoxysilan, γ -aminopropyltriethoxysilan (còn được gọi là 3-aminopropyltriethoxysilan), N- β -(aminoethyl)- γ -propylmetyldimetoxysilan, n-(dimetoxymetylsilylpropyl)etylendiamin, n-(triethoxysilylpropyl)etylendiamin, và N-phenyl- γ -aminopropyltrimetoxysilan; vinylsilan như vinyltriethoxysilan; và isoxyanatosilan như γ -isoxyanatopropyltrimetoxysilan và γ -isoxyanatopropyltriethoxysilan.

Tốt hơn là, epoxysilan và aminosilan được sử dụng làm hợp chất kết hợp silan, tốt hơn nữa là, epoxysilan và aminosilan được sử dụng ở dạng hỗn hợp.

Là hợp chất kết hợp silan, mỗi hợp chất trong số các hợp chất kết hợp silan nêu trên có thể được sử dụng một mình hoặc ở dạng hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất trong số chúng. Tỷ lệ hàm lượng của hợp chất kết hợp silan đối với 100 phần trọng lượng của lượng tổng cộng của thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 0,001 phần trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần trọng lượng, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 10 phần trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 5 phần trọng lượng.

Hơn nữa, ví dụ, chất phụ gia có thể có thể được trộn lẫn một cách thích hợp trong một hoặc cả hai thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, nếu cần. Ví dụ về chất phụ gia bao gồm nhựa epoxy, chất xúc tác, chất cải thiện tính chất bao, chất làm đều màu, chất khử bọt, chất làm ổn định bao gồm cả chất chống oxy hóa và chất hấp thụ tia cực tím, chất dẻo hóa, chất hoạt động bề mặt, chất màu, chất độn, hạt mịn hữu cơ hoặc vô cơ, và chất chống nấm. Lượng trộn của chất phụ gia được xác định một cách thích hợp theo mục đích và sử dụng.

Trong chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế, thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol được điều chế và bảo quản riêng rẽ, và ở thời điểm sử dụng chất kết dính này, thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol được trộn để được điều chế, ví dụ, ở nhiệt độ lớn hơn hoặc bằng

30°C, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 40°C, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 100°C, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 90°C để sau đó được sử dụng cho (bao phủ lên) màng.

Là tỷ lệ trộn của thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, ví dụ, là tỷ lệ trọng lượng của thành phần polyisoxyanat đối với thành phần polyol, tỷ lệ của thành phần polyisoxyanat đối với 100 phần trọng lượng của thành phần polyol, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 30 phần trọng lượng, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 40 phần trọng lượng, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 500 phần trọng lượng, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 300 phần trọng lượng, và tỷ lệ đương lượng (NCO/OH) của nhóm isoxyanat của thành phần polyisoxyanat đối với nhóm hydroxyl của thành phần polyol, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 0,3, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,5, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 5,0, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 3,0.

Bằng cách điều chế chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế như nêu trên, ví dụ, thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol được trộn đều ở 70°C, và hỗn hợp lỏng thu được được bảo quản ở 70°C. Độ nhớt của nó ở 70°C trong 2 phút sau khi (ngay sau khi) trộn, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 400mPa·s, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 600mPa·s, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 650mPa·s, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 800mPa·s, đặc biệt tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 850mPa·s, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 1600mPa·s, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 1500mPa·s, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 1000mPa·s, còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 960mPa·s, đặc biệt tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 920mPa·s.

Nếu độ nhớt ở 70°C trong 2 phút sau khi trộn nằm trong khoảng độ nhớt này thì sau khi trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn có thể được dùng cho màng (ví dụ, màng chắn, màng chất dẻo, v.v.) bằng máy cán màng loại không dung môi với hiệu quả công việc tuyệt vời.

Độ nhớt ở 70°C trong 2 phút sau khi (ngay sau khi) trộn là độ nhớt trong đó thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol được trộn đều ở 70°C, và hỗn hợp lỏng thu được (chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa

rắn) được bảo quản ở 70°C trong hai phút để được đo ở 70°C như được thể hiện trong phần ví dụ thực hiện sáng chế được mô tả sau đây.

Bằng cách lập công thức chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế như nêu trên, ví dụ, thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol được trộn đều ở 70°C, và hỗn hợp lỏng thu được được bảo quản ở 70°C. Độ nhớt của nó ở 70°C trong 20 phút sau khi trộn, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 1850mPa·s, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 2000mPa·s, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 2200mPa·s, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 2400mPa·s, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 2600mPa·s, đặc biệt tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 2610mPa·s, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 4000mPa·s, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 3900mPa·s, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3500mPa·s, còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 3000mPa·s, đặc biệt tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 2700mPa·s.

Nếu độ nhớt ở 70°C trong 20 phút sau khi trộn nằm trong khoảng độ nhớt nêu trên, tốc độ tăng độ nhớt sau khi trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol là thấp, thì thời gian bảo quản của hỗn hợp chất lỏng thu được sẽ dài, và khả năng gia công ở thời điểm sử dụng được cải thiện, và lực kết dính tuyệt vời ngay sau khi sử dụng cho màng có thể được phát triển.

Độ nhớt ở 70°C trong 20 phút sau khi trộn là độ nhớt trong đó thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol được trộn đều ở 70°C, và hỗn hợp lỏng thu được được bảo quản ở 70°C trong 20 phút để được đo ở 70°C như được thể hiện trong phần ví dụ thực hiện sáng chế được mô tả sau đây.

Chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế, ví dụ, được sử dụng làm chất kết dính vật liệu lớp để sản xuất màng composit bằng cách cán mỏng màng như màng chắn và màng chất dẻo làm mặt bám.

Cụ thể là, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế, ví dụ, được sử dụng để liên kết các màng chất dẻo với nhau và để liên kết màng chắn với màng chất dẻo.

Màng chất dẻo, ví dụ, được điều chế từ polyme olefin (ví dụ, polyetylen,

polypropylen, v.v.), polyme polyeste (ví dụ, polyalkylen terephthalat như polyetylen terephthalat và polybutylen terephthalat, polyalkylen naphtalat, copolyeste chủ yếu gồm có đơn vị polyalkylen arylat của nó, v.v.), polyme polyamit (ví dụ, nylon như nylon 6 và nylon 66 v.v.), và polyme vinyl (ví dụ, vinyl polyclorua, copolyme etylen-vinyl axetat, copolyme etylen-vinyl alcohol, v.v.). Độ dày của màng chất dẻo thường lớn hơn hoặc bằng $5\mu\text{m}$, và thường nhỏ hơn hoặc bằng $200\mu\text{m}$.

Màng bất kỳ trong số các màng không kéo giãn được (polyetylen, polypropylen không kéo giãn được, v.v.) và màng kéo giãn được theo một trục hoặc hai trục (polypropylen, polyalkylen terephthalat, nylon kéo giãn được theo hai trục, v.v.) có thể được sử dụng làm màng chất dẻo,

Màng chất dẻo cũng có thể được điều chế dưới dạng mỗi trong số các màng đồng ép đùn hoặc màng composit trong đó các màng chất dẻo được liên kết trước với nhau.

Màng chắn là lớp có các tính chất ngăn cản khí hoặc chất lỏng, và ví dụ về loại màng này bao gồm màng chứa kim loại hoặc oxit kim loại. Cụ thể, ví dụ về loại màng này bao gồm màng kim loại và màng chất dẻo bao gồm cả lớp chắn.

Màng kim loại, ví dụ, được làm từ nhôm, thép không gỉ, sắt, đồng, và chì. Độ dày của nó, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng $5\mu\text{m}$, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng $100\mu\text{m}$, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng $20\mu\text{m}$, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng $15\mu\text{m}$.

Một ví dụ về màng chất dẻo bao gồm cả lớp chắn bao gồm màng trong đó lớp vô cơ được tạo ra ít nhất trên một bề mặt của màng chất dẻo nêu trên.

Lớp vô cơ có thể được tạo ra bằng cách lắng đọng, phun xạ, phương pháp sol-gel, v.v.. Lớp vô cơ, ví dụ, có thể được tạo ra từ đơn chất như titan, nhôm, và silicon hoặc hợp chất vô cơ (oxit, v.v.) chứa nguyên tố của chúng. Tốt hơn là, màng lắng đọng trong đó chỉ riêng nhôm, chỉ riêng nhôm oxit, chỉ riêng silic oxit, hoặc cả nhôm oxit và silic oxit được lắng đọng trên màng chất dẻo được sử dụng làm lớp vô cơ.

Trong màng chất dẻo bao gồm cả lớp chắn, lớp phủ có thể cũng được cán mỏng trên phía mặt tiếp xúc của lớp chắn.

Hơn nữa, bề mặt của màng chất dẻo và màng chắn có thể được xử lý bề mặt như xử lý phóng điện hoa hoặc xử lý lót bằng lớp phủ neo giữ. Ngoài ra, dấu in có thể được đưa một cách thích hợp lên màng chất dẻo và màng chắn.

Trong quá trình sản xuất màng composit, ví dụ, bằng máy cán màng loại không dung môi, nếu màng chất dẻo được liên kết với nhau, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế trong đó thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol được trộn lẫn được đưa lên bề mặt của một màng bất kỳ trong số hai màng chất dẻo, và bề mặt đã phủ chất kết dính này được liên kết với bề mặt của màng chất dẻo khác; và ví dụ, khi màng chắn được liên kết với màng chất dẻo, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế được đưa lên bề mặt của một màng bất kỳ trong số màng chắn và màng chất dẻo, và bề mặt đã được phủ chất kết dính được liên kết với bề mặt của màng chắn hoặc màng chất dẻo còn lại. Trong mỗi trường hợp, sau đó, chất kết dính vật liệu lớp đã liên kết được già hóa để hóa rắn trong điều kiện nhiệt độ bình thường hoặc gia nhiệt.

Là màng composit, ví dụ, nếu các màng chất dẻo được liên kết với nhau, hai màng chất dẻo được liên kết với nhau (tham gia quá trình cán mỏng thứ nhất) và, ví dụ, khi màng chắn và màng chất dẻo được liên kết với nhau, màng chắn và màng chất dẻo được liên kết với nhau (tham gia quá trình cán mỏng thứ nhất), nên màng composit cán mỏng thứ nhất có thể được tạo ra. Hơn nữa, màng chất dẻo khác được liên kết (tham gia quá trình cán mỏng thứ hai) ở ít nhất trên một bề mặt của màng composit vật liệu lớp thứ nhất, nên màng composit vật liệu lớp thứ hai có thể cũng được tạo ra.

Trong quá trình cán mỏng thứ nhất, một màng bất kỳ trong số màng chắn và màng chất dẻo thường được phân phối từ trực phân phối, màng còn lại được liên kết với nó sẽ được quấn xung quanh trục quấn, và màng đã quấn được gia nhiệt và già hóa (ví dụ, già hóa ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 25°C và thấp hơn hoặc bằng 60°C), nếu cần.

Trong quá trình cán mỏng thứ hai, màng composit vật liệu lớp thứ nhất này

thường được phân phối từ trục phân phối, màng chất dẻo khác được liên kết với nó sẽ được quấn xung quanh trục quấn, và màng đã quấn được gia nhiệt và già hóa (ví dụ, già hóa ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 25°C và thấp hơn hoặc bằng 60°C), nếu cần.

Trong quá trình sản xuất màng composit vật liệu lớp thứ hai, ở cả màng composit vật liệu lớp thứ nhất lẫn màng composit vật liệu lớp thứ hai, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế có thể được sử dụng, hoặc ở màng bất kỳ trong số màng vật liệu lớp thứ nhất và màng vật liệu lớp thứ hai, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế được sử dụng và ở màng vật liệu lớp còn lại, chất kết dính khác cũng có thể được sử dụng.

Khi chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế được sử dụng, trong trường hợp ở đó quá trình cán mỏng thứ nhất và quá trình cán mỏng thứ hai được thực hiện liên tục, màng composit vật liệu lớp có thể được tạo ra một cách có hiệu quả mà không gây ra bất lợi nào như xuất hiện sự tách lớp (sự tách lớp xen giữa) từ phần đầu của sản phẩm vật liệu lớp (màng composit) ở hình dạng đường hầm hoặc sự lệch của bề mặt kết dính của màng composit đã quấn.

Nhiệt độ của quá trình cán mỏng thứ nhất và thứ hai (nhiệt độ làm việc) thường lớn hơn hoặc bằng 35°C, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 40°C. Không có hạn chế nào ở giới hạn trên của nhiệt độ miễn là quá trình cán mỏng có thể được thực hiện, và nhiệt độ thường nhỏ hơn hoặc bằng 100°C, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 90°C, còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 85°C. Ở thời điểm cán mỏng (sử dụng), chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn được gia nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng của giới hạn trên hoặc giới hạn dưới, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 35°C, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 40°C, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 100°C, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 90°C, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 80°C, và độ nhớt của nó được điều chỉnh một cách thích hợp. Độ nhớt thích hợp, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 100mPa·s, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 300mPa·s, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng 5000mPa·s, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 3000mPa·s ở nhiệt độ nằm trong khoảng nêu trên.

Khi bước gia nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng 100°C , phản ứng của thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol có thể bị ức chế trước khi sử dụng, nên sự tăng độ nhớt quá mức có thể được ngăn chặn, và có thể đảm bảo được khả năng gia công tuyệt vời.

Lượng sử dụng của chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng $0,5\text{g}/\text{m}^2$, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng $1\text{g}/\text{m}^2$, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng $1,5\text{g}/\text{m}^2$, và ví dụ, nhỏ hơn hoặc bằng $5\text{g}/\text{m}^2$, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng $4,5\text{g}/\text{m}^2$ ở mỗi bước cán mỏng. Khi lượng sử dụng này lớn hơn hoặc bằng giới hạn dưới, có thể ngăn chặn được sự không phát triển đủ của các tính chất của chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn gây ra hình thức kém. Trong lúc đó, khi lượng sử dụng nêu trên nhỏ hơn hoặc bằng giới hạn trên, có thể ngăn chặn được sự rỉ chất kết dính ra khỏi phần đầu của màng composit gây ra chất lượng kém của màng composit.

Là thiết bị cán mỏng loại không dung môi có sử dụng chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế, thiết bị bất kỳ trong số các thiết bị ứng dụng chuyển thuận và thiết bị ứng dụng chuyển nghịch (máy bao ngược) có thể được sử dụng.

Ở thiết bị ứng dụng chuyển thuận, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn trong đó thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol được trộn lẫn được đưa lên một màng đi qua giữa một cặp trục cán quay theo cùng một hướng ở vị trí đối diện. Sau đó, một màng được liên kết với màng còn lại trong trục cán nip, nhờ đó tạo ra màng composit.

Ở thiết bị ứng dụng chuyển nghịch, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn trong đó thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol được trộn lẫn được đưa lên một màng đi qua giữa một cặp trục cán quay theo hướng ngược nhau ở vị trí đối diện. Sau đó, một màng được liên kết với màng còn lại trong trục cán nip, do đó tạo ra màng composit.

Theo cách này, màng composit có thể được tạo ra bằng cách sử dụng chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế.

Lực kết dính (phương pháp thử nghiệm như được thể hiện trong phần ví dụ thực hiện sáng chế được mô tả dưới đây) sau 24 giờ của màng composit được tạo ra bằng cách sử dụng chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế, ví dụ, lớn hơn hoặc bằng 15,0N/100mm, tốt hơn là, lớn hơn hoặc bằng 20,0N/100mm, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20,6N/100mm, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 24,0N/100mm, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 25,0N/100mm, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 27,0N/100mm, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 28,0N/100mm, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 28,5N/100mm, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 29,0N/100mm, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 29,5N/100mm, đặc biệt tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 30,0N/100mm, và thường nhỏ hơn hoặc bằng 50,0N/100mm.

Chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế chứa thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, thành phần polyisoxyanat chứa dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat chứa nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat, và tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat là lớn hơn hoặc bằng 60mol và thấp hơn hoặc bằng 99mol.

Như vậy, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế có thể giảm độ nhớt ngay sau khi trộn thành phần polyisoxyanat với thành phần polyol, và có khả năng duy trì thời gian bảo quản dài cho tới khi sử dụng cho màng và có khả năng phát triển lực kết dính tuyệt vời ngay sau khi sử dụng cho màng, nên các đặc tính sử dụng liên tục và đặc tính cán mỏng có thể được cải thiện.

Hơn nữa, màng composit được liên kết bởi chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế có thể giữ được hình thức bên ngoài tuyệt vời và lực kết dính tuyệt vời ngay cả trong điều kiện lưu giữ khắc nghiệt (ví dụ, lưu giữ ở 60°C trong bốn tuần).

Do đó, chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế có thể, ví dụ, được sử dụng trong các túi phụ dạng đứng và các bao

bì khác trong lĩnh vực vệ sinh cá nhân, bao bì đựng thực phẩm hấp thanh trùng và thực phẩm khô, bao bì đựng dược phẩm, bao bì đựng các linh kiện điện tử và điện, bao bì đựng pin như pin mặt trời và pin nhiên liệu, các vật liệu cho đời sống như túi mua hàng, vật liệu bọc sách, và nhãn dán, và vật liệu xây dựng và công nghiệp như các tấm trang trí.

Sáng chế bao gồm sản phẩm hóa rắn được điều chế bằng cách hóa rắn chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn nêu trên (sau đây, được gọi là sản phẩm nhựa được hóa rắn). Một ví dụ về sản phẩm nhựa được hóa rắn bao gồm lớp kết dính nằm giữa các màng trong màng composit. Nói theo cách khác, màng composit nêu trên bao gồm sản phẩm nhựa được hóa rắn theo sáng chế.

Sản phẩm nhựa được hóa rắn theo sáng chế thu được từ chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn nêu trên, nên nó có lực kết dính tuyệt vời.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các giá trị số cụ thể trong tỷ lệ pha trộn (tỷ lệ hàm lượng), giá trị các đặc tính, và thông số được sử dụng trong phần mô tả dưới đây có thể được thay thế bằng các giá trị giới hạn trên (giá trị số được xác định dưới dạng “nhỏ hơn” hoặc “dưới”) hoặc các giá trị giới hạn dưới (giá trị số được xác định dưới dạng “cao hơn” hoặc “trên”) của các giá trị số tương ứng trong tỷ lệ trộn (tỷ lệ hàm lượng), giá trị các đặc tính, và thông số đã mô tả trong phần “Mô tả chi tiết sáng chế” nêu trên.

Phương pháp đo được sử dụng trong mỗi ví dụ trong số các ví dụ điều chế, ví dụ tổng hợp, ví dụ sản xuất, ví dụ, và ví dụ so sánh được minh họa dưới đây.

1. Phương pháp đo

Trọng lượng phân tử trung bình số

Sau khi 40mg mẫu được hòa tan trong 4ml tetrahydrofuran để điều chế dung dịch 1% trọng lượng/thể tích, dung dịch này được đo bằng phương pháp sắc ký thẩm gel (GPC) trong các điều kiện dưới đây để đo trọng lượng phân tử trung bình số (M_n) cùng với việc hiệu chỉnh bằng polystyren chuẩn.

Thiết bị xử lý số liệu: mã số phụ tùng EMPOWER2 (được sản xuất bởi Waters Corporation)

Đầu dò chỉ số khúc xạ vi phân: đầu dò chỉ số khúc xạ vi phân loại 2414

Cột: 3 phần PLgel5 μ mMixed-C mã số phụ tùng 1110-6500 (được sản xuất bởi Polyme Laboratories Ltd.)

Pha động: tetrahydrofuran

Tốc độ dòng trong cột: 1ml/phút

Nồng độ mẫu: 10g/l

Lượng bơm: 100 μ l

Nhiệt độ đo: 40°C

Thiết bị hiệu chỉnh trọng lượng phân tử: TSKstandard Polystyrene được sản xuất bởi TOSOH CORPORATION

Đo đương lượng của nhóm isoxyanat

Đương lượng của nhóm isoxyanat được đo bằng phương pháp A hoặc phương pháp B nêu trong JIS K 1603-1 (2007).

Tính tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat, nhóm alophanat, và nhóm uretdion bằng phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân ^{13}C (^{13}C -NMR: Carbon-13 nuclear magnetic resonance)

Bằng thiết bị và điều kiện sau, ^{13}C -NMR của dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat được đo; tỷ lệ mol của nhóm alophanat với nhóm isoxyanurat và tỷ lệ mol của nhóm uretdion với lượng tổng cộng của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat được tính bằng công thức dưới đây; và từ tỷ lệ mol thu được sẽ tính được tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat, tỷ lệ hàm lượng của nhóm alophanat, và tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat. Tetrametylsilan (0ppm) trong dung môi CDCl_3 được sử dụng làm chuẩn của độ dịch chuyển hóa học (ppm).

Thiết bị: ECA-500 (được sản xuất bởi JEOL Ltd.)

Điều kiện: tần số đo: 125MHz, dung môi: CDCl_3 , độ quánh của chất tan: 50% trọng lượng, nhiệt độ đo: nhiệt độ trong phòng (25°C), số lần quét: 8500 lần, thời gian lặp: 3,0 giây, độ rộng xung: 30° (3,70 $\mu\text{giây}$)

Đỉnh ấn định của cacbon trong nhóm alophanat (nhóm CO trong nhóm alophanat) (1 nguyên tử cacbon (trong trường hợp ở đó rượu là rượu bậc một), 2 nguyên tử cacbon (trong trường hợp ở đó rượu là rượu bậc hai)): 153,9ppm

Đỉnh ấn định của cacbon trong nhóm uretdion (nhóm CO trong nhóm uretdion) (2 nguyên tử cacbon): 157,2ppm

Đỉnh ấn định của cacbon trong nhóm isoxyanurat (nhóm CO trong nhóm isoxyanurat) (3 nguyên tử cacbon): 148,5ppm

Tỷ lệ mol của nhóm alophanat với nhóm isoxyanurat = (giá trị tích phân của đỉnh ấn định của cacbon trong nhóm alophanat/X)/(giá trị tích phân của đỉnh ấn định của cacbon trong nhóm isoxyanurat/3)

(trong đó, trong trường hợp tạo ra nhóm alophanat, khi rượu phản ứng là rượu bậc một, thì X bằng 1 và khi rượu phản ứng là rượu bậc hai, thì X bằng 2)

Tỷ lệ mol của nhóm uretdion với lượng tổng cộng của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat = (giá trị tích phân của đỉnh ấn định của cacbon trong nhóm uretdion/2)/((giá trị tích phân của đỉnh ấn định của cacbon trong nhóm isoxyanurat/3) + (giá trị tích phân của đỉnh ấn định của cacbon trong nhóm alophanat/X)

(trong đó, trong trường hợp tạo ra nhóm alophanat, nếu rượu phản ứng là rượu bậc một, thì X bằng 1 và nếu rượu phản ứng là rượu bậc hai, thì X bằng 2)

Đo độ nhớt (đơn vị: $\text{mPa}\cdot\text{s}$)

Bằng cách sử dụng nhớt kế TV-30 kiểu E được sản xuất bởi Toki Sangyo Co., Ltd. (góc quay: $1^\circ 34'$, bán kính quay: 24cm), độ nhớt ở 25°C và 70°C mẫu đo được đo theo phương pháp nhớt kế mặt nón-đĩa của JIS K5600-2-3 (2014). Số lượng vòng quay của mặt nón-đĩa ở thời điểm đo thay đổi tuần tự giữa 100 vòng/phút và 2,5 vòng/phút theo sự gia tăng của độ nhớt.

2. Nguyên liệu:

Điều chế dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat>

Ví dụ điều chế 1

Một bình bốn cổ được trang bị máy khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống nạp nito được bổ sung pentametylen diisoxyanat được sản xuất theo cùng một cách như cách trong ví dụ 1 trong công bố đơn sáng chế quốc tế số 2012/121291 với lượng 1000 phần trọng lượng, rượu isobutylic với lượng 0,5 phần trọng lượng, 2,6-di(tert-butyl)-4-methylphenol với lượng 0,6 phần trọng lượng, và tridexylphosphit (tên thương mại: JP-310, phosphit hữu cơ, được sản xuất bởi JOHOKU CHEMICAL CO., LTD.) với lượng 1,04 phần trọng lượng để sau đó được phản ứng (tham gia phản ứng uretan) ở 80°C trong hai giờ, bằng cách đó tạo ra chất lỏng phản ứng.

Tiếp đó, sau khi chất lỏng phản ứng được làm nguội ở 45°C, N-(2-hydroxypropyl)-N,N,N-trimethylamoni-2-ethylhexanoat (tên thương mại: DABCO (nhãn hiệu hàng hóa đã được đăng ký) TMR, được sản xuất bởi Air Products Japan K.K.) với lượng 0,1 phần trọng lượng dùng làm chất xúc tác isoxyanurat được thêm vào đó để được phản ứng tiếp (tham gia phản ứng đóng vòng isoxyanurat) ở 95°C trong 15 phút.

Sau đó, o-toluensulfonamit với lượng 0,24 phần trọng lượng được thêm vào đó. Hỗn hợp chất lỏng phản ứng thu được được để đi qua thiết bị chưng cất màng mỏng (nhiệt độ: 150°C, mức chân không: 0,09kPa), nên monome pentametylen diisoxyanat chưa phản ứng được loại bỏ, bằng cách đó tạo ra dẫn xuất P1 của pentametylen diisoxyanat.

Ví dụ điều chế từ 2 đến 10

Mỗi dẫn xuất từ P2 đến P10 của pentametylen diisoxyanat thu được theo cùng một cách như cách nêu trong ví dụ điều chế 1, ngoại trừ công thức trộn được thay đổi thành công thức được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ điều chế 11

Một bình bốn cổ được trang bị máy khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống nạp nito được bổ sung pentametylen diisoxyanat được điều chế theo cùng một cách như cách

trong ví dụ 1 trong phần mô tả của công bố đơn patent quốc tế số 2012/121291 với lượng 500 phần trọng lượng, rượu isobutylic với lượng 19 phần trọng lượng, 2,6-di(tert-butyl)-4-metylphenol với lượng 0,3 phần trọng lượng, và tris(tridexyl)phosphit (tên thương mại: JP-333E, phosphit hữu cơ, được sản xuất bởi JOHOKU CHEMICAL CO., LTD.) với lượng 0,3 phần trọng lượng và nhiệt độ của hỗn hợp này được tăng đến 85°C để sau đó được tham gia phản ứng uretan trong ba giờ, bằng cách đó tạo ra chất lỏng phản ứng.

Tiếp đó, chì octylat (tên thương mại: HEXOATE LEAD 38%, được sản xuất bởi TOEI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.) với lượng 0,02 phần trọng lượng dùng làm chất xúc tác alophanat được thêm vào chất lỏng phản ứng để sau đó được phản ứng (tham gia phản ứng alophanat) cho tới khi đương lượng của nhóm isoxyanat đạt giá trị tính toán (101), và sau đó, o-toluensulfonamit với lượng 0,02 phần trọng lượng được thêm vào đó. Hỗn hợp chất lỏng phản ứng thu được được để đi qua thiết bị chưng cất màng mỏng (mức chân không: 0,093kPa, nhiệt độ: 150°C), nên monome pentametylen diisoxyanat chưa phản ứng được loại bỏ và hơn nữa, o-toluensulfonamit với lượng 0,02 phần trọng lượng được thêm vào sản phẩm thu được với lượng 100 phần trọng lượng, bằng cách đó tạo ra dẫn xuất P11 của pentametylen diisoxyanat.

Ví dụ điều chế 12

Một bình bốn cổ được trang bị máy khuấy, nhiệt kế, ống hồi lưu, và ống nạp nito được bổ sung pentametylen diisoxyanat được điều chế theo cùng một cách như cách trong ví dụ 1 trong bản mô tả của công bố đơn patent quốc tế số 2012/121291 với lượng 500 phần trọng lượng, 2,6-di(tert-butyl)-4-metylphenol với lượng 0,3 phần trọng lượng, và tris(tridexyl)phosphit (tên thương mại: JP-333E, được sản xuất bởi JOHOKU CHEMICAL CO., LTD.) với lượng 0,3 phần trọng lượng và nito được đưa vào pha lỏng (chất lỏng phản ứng) chứa pentametylen diisoxyanat trong 1 giờ. Sau đó, nhiệt độ của chất lỏng phản ứng được tăng đến 150°C.

Tiếp đó, sau khi phản ứng (phản ứng uretdion) tiếp tục ở cùng một nhiệt độ trong 10 giờ, phản ứng này được kết thúc. Hỗn hợp chất lỏng phản ứng thu được được để đi qua thiết bị chưng cất màng mỏng (nhiệt độ: 120°C, mức chân không: 0,093kPa),

nên monome pentametylen diisoxyanat chưa phản ứng được loại bỏ, bằng cách đó tạo ra dẫn xuất P12 của pentametylen diisoxyanat.

Ví dụ điều chế từ 13 đến 19

Mỗi dẫn xuất từ H1 đến H7 của hexametylen diisoxyanat thu được theo cùng một cách như cách của ví dụ điều chế 1, ngoại trừ rằng công thức trộn được thay đổi thành công thức được thể hiện trong bảng 1.

Ví dụ điều chế 20

Dẫn xuất H8 của hexametylen diisoxyanat thu được theo cùng một cách như cách của ví dụ điều chế 11, ngoại trừ rằng công thức trộn được thay đổi thành công thức được thể hiện trong bảng 1.

Công thức trộn, tỷ lệ mol của nhóm isoxyanurat với nhóm alophanat, tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion, và độ nhớt của dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat và dẫn xuất của hexametylen diisoxyanat thu được trong các ví dụ điều chế từ 1 đến 20 được thể hiện trong bảng 1.

Bảng 1

Ví dụ điều chế số				Ví dụ điều chế 1	Ví dụ điều chế 2	Ví dụ điều chế 3	Ví dụ điều chế 4	Ví dụ điều chế 5
Dẫn xuất				P1	P2	P3	P4	P5
Công thức	Isoxyanat	PDI	Phần trọng lượng	1000	1000	1000	1000	1000
		HDI	Phần trọng lượng					
	Rượu	iBA	Phần trọng lượng	0,5	1,0	1,6	5,3	8,0
		1,3-BG	Phần trọng lượng					
Tỷ lệ mol của nhóm isoxyanurat/nhóm alophanat			% mol	99/1	98/2	95/5	90/10	86/14
Tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion			% mol	1,8	1,7	1,0	0,9	0,8
Độ nhớt của dẫn xuất ở 25°C			mPa.s	2120	2000	1900	1650	1350
Ví dụ điều chế số				Ví dụ điều chế 6	Ví dụ điều chế 7	Ví dụ điều chế 8	Ví dụ điều chế 9	Ví dụ điều chế 10
Dẫn xuất				P6	P7	P8	P9	P10
Công thức	Isoxyanat	PDI	Phần trọng lượng	1000	1000	1000	1000	1000
		HDI	Phần trọng lượng					
	Rượu	iBA	Phần trọng lượng	12,8	22,4		0	32,0
		1,3-BG	Phần trọng lượng			21,8		
Tỷ lệ mol của nhóm isoxyanurat/nhóm alophanat			% mol	80/20	67/33	80/20	100/0	56/44
Tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion			% mol	0,6	0,7	0,9	3,0	7,0
Độ nhớt của dẫn xuất ở 25°C			mPa.s	900	750	1400	1850	1790
Ví dụ điều chế số				Ví dụ điều chế 11	Ví dụ điều chế 12	Ví dụ điều chế 13	Ví dụ điều chế 14	Ví dụ điều chế 15
Dẫn xuất				P11	P12	H1	H2	H3
Công thức	Isoxyanat	PDI	Phần trọng lượng	500	500			
		HDI	Phần trọng lượng			1000	1000	1000
	Rượu	iBA	Phần trọng lượng	19,0		0,4	0,9	1,8
		1,3-BG	Phần trọng lượng					
Tỷ lệ mol của nhóm isoxyanurat/nhóm alophanat			% mol	0/100	0/0	99/1	98/2	95/5
Tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion			% mol	1,3	100	2,0	1,9	1,8
Độ nhớt của dẫn xuất ở 25°C			mPa.s	100	25	2800	2620	2430
Ví dụ điều chế số				Ví dụ điều chế 16	Ví dụ điều chế 17	Ví dụ điều chế 18	Ví dụ điều chế 19	Ví dụ điều chế 20
Dẫn xuất				H4	H5	H6	H7	H8
Công thức	Isoxyanat	PDI	Phần trọng lượng					
		HDI	Phần trọng lượng	1000	1000	1000	1000	500
	Rượu	iBA	Phần trọng lượng	4,9	8,0	11,7	19,6	19,0
		1,3-BG	Phần trọng lượng					
Tỷ lệ mol của nhóm isoxyanurat/nhóm alophanat			% mol	90/10	85/15	80/20	70/30	0/100
Tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion			% mol	1,1	1,0	0,9	0,9	1,4
Độ nhớt của dẫn xuất ở 25°C			mPa.s	2100	1430	1200	760	110

Mô tả chữ viết tắt và ký hiệu trong bảng 1:

PDI: 1,5-pentametylen diisoxyanat

HDI: 1,6-hexametylen diisoxyanat

iBA: rượu isobutylic

1,3-BG: 1,3-butandiol

Tổng hợp tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat

Ví dụ tổng hợp 1: Tổng hợp polyeste polyol A

Bình phản ứng được nạp axit isophthalic với lượng 283 phần trọng lượng, 1,3-butandiol với lượng 352 phần trọng lượng, và neopentyl glycol với lượng 191 phần trọng lượng để sau đó được tham gia phản ứng este hóa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 190 đến 220°C trong dòng khí nitơ. Sau đó, sau khi lượng nước đã xác định trước được chưng cất loại bỏ, axit adipic với lượng 124 phần trọng lượng, axit sebacic với lượng 172 phần trọng lượng, và titan tetrabutoxit (chất xúc tác este hóa) với lượng 0,01 phần trọng lượng được thêm vào đó để sau đó được tham gia phản ứng este hóa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 180 đến 220°C trong dòng khí nitơ, bằng cách đó tạo ra polyeste polyol A có trọng lượng phân tử trung bình số bằng 498.

Ví dụ tổng hợp 2: Tổng hợp tiền polyme A được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat

Bình phản ứng được nạp polyeste polyol A với lượng 341 phần trọng lượng và xylylen diisoxyanat với lượng 648 phần trọng lượng để sau đó được tham gia phản ứng uretan ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 70 đến 80°C trong ba giờ trong dòng khí nitơ. Sau đó, monome xylylen diisoxyanat chưa phản ứng được loại bỏ bằng thiết bị chưng cất màng mỏng, bằng cách đó tạo ra tiền polyme A được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat (NCO-1).

Ví dụ tổng hợp 3: Tổng hợp tiền polyme B được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat

Bình phản ứng được nạp polyeste polyol A với lượng 150 phần trọng lượng và dẫn xuất (H8) của hexametylen diisoxyanat với lượng 350 phần trọng lượng để sau đó được tham gia phản ứng uretan ở 95°C trong 6 giờ trong dòng khí nitơ. Sau đó, tiền

polyme A được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat (NCO-1) với lượng 500 phần trọng lượng được trộn với sản phẩm phản ứng thu được, bằng cách đó tạo ra tiền polyme B được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat (NCO-2).

Sản xuất thành phần polyol

Ví dụ sản xuất 1

Polyeste polyol A (750 phần trọng lượng) và trimetylolpropan với lượng 134 phần trọng lượng được trộn đều ở 70°C, và xylylen diisoxyanat với lượng 94 phần trọng lượng được thêm vào đó để sau đó được phản ứng ở 80°C, bằng cách đó tạo ra polyuretan polyol. Tiếp theo, axit phosphoric (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) với lượng 0,1 phần trọng lượng được trộn đều với polyuretan polyol với lượng 100 phần trọng lượng ở 90°C, và hơn nữa, γ -glyxidoxypropyltriethoxysilan (tên thương mại: KBE403, được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) với lượng 2 phần trọng lượng và 3-aminopropyltriethoxysilan (tên thương mại: KBE903, được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) với lượng 0,2 phần trọng lượng được trộn đều ở 75°C, bằng cách đó tạo ra thành phần polyol OH-1.

Ví dụ sản xuất 2

Bình phản ứng được nạp axit terephthalic với lượng 123 phần trọng lượng, axit isophthalic với lượng 370 phần trọng lượng, etylen glycol với lượng 221 phần trọng lượng, neopentyl glycol với lượng 62 phần trọng lượng, 1,6-hexandiol với lượng 207 phần trọng lượng, và kẽm axetat (chất xúc tác este hóa) với lượng 0,1 phần trọng lượng để sau đó tham gia phản ứng este hóa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 190 đến 220°C trong dòng khí nitơ. Sau đó, sau khi lượng nước đã xác định trước được chưng cất loại bỏ, axit adipic với lượng 163 phần trọng lượng được thêm vào đó để sau đó được tham gia phản ứng este hóa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 180 đến 220°C trong dòng khí nitơ, bằng cách đó tạo ra polyeste polyol có trọng lượng phân tử trung bình số bằng 662. Tiếp theo, axit phosphoric với lượng 0,05 phần trọng lượng (được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.), γ -glyxidoxypropyltriethoxysilan (tên thương mại: KBE403, được sản xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) với lượng 1,5 phần trọng lượng và 3-aminopropyltriethoxysilan (tên thương mại: KBE903, được sản

xuất bởi Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) với lượng 0,5 phần trọng lượng được trộn đều với chế phẩm polyeste polyol với lượng 100 phần trọng lượng ở 75°C, bằng cách đó tạo ra thành phần polyol OH-2.

3. Ví dụ điều chế và ví dụ so sánh

Mỗi dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, mỗi tiền polyme được ngắt mạch bởi nhóm diisoxyanat, và mỗi thành phần polyol thu được như nêu trên được trộn đều ở 70°C theo công thức trộn được thể hiện trong các bảng từ 2 đến 5, bằng cách đó điều chế mỗi chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn của các ví dụ và ví dụ so sánh.

4. Đánh giá

Đánh giá đặc tính sử dụng liên tục

Thử nghiệm thời gian bảo quản (Đo độ nhớt của chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn)

Trong các ví dụ từ 1 đến 11 và ví dụ so sánh từ 1 đến 11, mỗi thành phần polyisoxyanat và mỗi thành phần polyol được trộn đều ở 70°C, sau đó hỗn hợp chất lỏng được bảo quản ở nhiệt độ 70°C, và sau đó độ nhớt của hỗn hợp chất lỏng này sau hai phút (ngay sau khi trộn) và sau 20 phút được đo ở nhiệt độ 70°C. Kết quả được thể hiện trong các bảng từ 2 đến 4.

Sản xuất màng composit và đo lực kết dính

Bằng cách sử dụng máy cán màng không dung môi (được sản xuất bởi OKAZAKI MACHINE INDUSTRY CO., LTD., non-sol laminator TNS-400-200), mỗi chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn của các ví dụ từ 1 đến 11 và ví dụ so sánh từ 1 đến 11 được cho lên bề mặt của màng polypropylen không kéo giãn được (độ dày 60μm, CPP60 (RCX-22), được sản xuất bởi Mitsui Chemicals Tohcello. Inc.) (nhiệt độ làm việc bằng 80°C, lượng sử dụng khoảng 2,0g/m²).

Sau đó, một màng polypropylen không kéo giãn được giống như vậy được dán vào bề mặt sử dụng của nó, bằng cách đó tạo ra màng composit vật liệu lớp. Sau đó,

màng composit vật liệu lớp này được già hóa ở 24°C trong 24 giờ.

Lực kết dính của màng polypropylen không kéo giãn được của màng composit vật liệu lớp ngay sau khi, ba giờ sau khi, tám giờ sau khi, và 24 giờ sau khi sản xuất màng composit vật liệu lớp bằng cách liên kết các màng polypropylen không kéo giãn được nêu trên với nhau được đo trong môi trường có nhiệt độ 24°C, độ rộng mẫu thử nghiệm bằng 100mm, và tốc độ kéo giãn 100mm/phút bằng thử nghiệm bóc keo kiểu T (theo JIS K 6854). Các kết quả được thể hiện trong các bảng từ 2 đến 4.

Thử nghiệm sức chịu đựng chứa

Bằng cách sử dụng mỗi chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn của các ví dụ từ 1 đến 11 và ví dụ so sánh từ 1 đến 11, một màng ni lông có dấu in màu trắng (đã trải qua quá trình in đặc màu trắng (sử dụng một loại mực in màu trắng dạng lỏng hai lần)) (tên thương mại: EMBLEM ON-RT, độ dày: 15µm, được sản xuất bởi UNITIKA LTD.) và màng polyetylen (tên thương mại: TUX-FCS, độ dày: 130µm, được sản xuất bởi Mitsui Chemicals Tohcello. Inc.) được liên kết với nhau ở nhiệt độ làm việc bằng 80°C và lượng sử dụng bằng 2,5g/m² để được già hóa ở 40°C trong 3 ngày. Sau khi già hóa, màng vật liệu lớp này (màng composit) được làm thành một cái túi (chiều rộng vết hàn nằm trong khoảng từ 5 đến 10mm, điều kiện hàn: 180°C × 0,15mPa × 0,6 giây) có kích thước 65mm × 175mm, và 30g dung dịch gốc Liquid Attack (chất tẩy rửa kiềm nhẹ để giặt, được sản xuất bởi Kao Corporation) là lượng được cho vào trong túi để được lưu giữ ở nhiệt độ 60°C trong bốn tuần. Hình thức bên ngoài của màng composit sau khi lưu giữ được đánh giá bằng mắt thường. Tiêu chuẩn đánh giá được thể hiện dưới đây.

Tốt: tốt

Kém: gần như tốt (hình thức bên ngoài hơi giống vỏ cam)

Tồi: hình thức bên ngoài kém kiểu vỏ cam hoặc nhòe

Rất tồi: tách lớp

Độ bền bóc keo kiểu T và độ bền hàn nhiệt (HS: heat seal) của màng trước hoặc sau khi lưu giữ được đo. Độ bền bóc keo kiểu T và độ bền hàn nhiệt (HS) được đo

bằng mẫu thử nghiệm có độ rộng bằng 15mm, tốc độ kéo giãn bằng 300mm/phút, và trong môi trường có nhiệt độ 24°C bởi thử nghiệm bóc keo kiểu T (theo JIS K 6854). Tình trạng của màng sau khi thử nghiệm sức chịu đựng chứa được đánh giá bằng mắt thường. Tiêu chuẩn đánh giá được thể hiện dưới đây.

- 1: có sự dịch chuyển của mực (bong tróc mực đặc màu trắng)
- 2: kéo dài màng polyetylen
- 3: bong tróc màng nylon và chất kết dính
- 4: kết tụ và bong tróc chất kết dính
- 5: cắt màng nylon
- 6: cắt màng polyetylen

Kết quả đánh giá thử nghiệm sức chịu đựng chứa được thể hiện trong các bảng từ 2 đến 4.

Bảng 2

Công thức	Ví dụ số		Loại	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8
	Tiền polyme được ngắt mạch bởi nhóm diisoxyanat	Loại		NCO-1	NCO-1	NCO-1	NCO-1	NCO-1	NCO-1	NCO-1	NCO-1
Thành phần polyisoxyanat	Dẫn xuất	Phần trọng lượng	Loại	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8
		Loại	Loại	100	100	100	100	100	100	100	100
		Phần trọng lượng	Loại								
		Tỷ lệ mol của nhóm isoxyanurat/nhóm alophanat	% mol	99/1	98/2	95/5	90/10	86/14	80/20	67/33	80/20
	Tỷ lệ trọng lượng của tiền polyme được ngắt mạch bởi nhóm diisoxyanat/dẫn xuất	Tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion	% mol	1,8	1,7	1,0	0,9	0,8	0,6	0,7	0,9
		Độ nhớt ở 25°C	mPa.s	2120	2000	1900	1650	1350	900	750	1400
		Phần trọng lượng	Phần trọng lượng	60/40	60/40	60/40	60/40	60/40	60/40	60/40	60/40
	Thành phần polyol	Loại	Loại	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1
		Tỷ lệ trộn của thành phần polyisoxyanat/thành phần polyol	Tỷ lệ trọng lượng	100/50	100/50	100/50	100/50	100/50	100/50	100/50	100/50
		Độ nhớt của hỗn hợp lỏng thu được ngay sau khi trộn (mPa.s/70°C)	Sau 2 phút	990	960	900	810	680	600	480	980
Đánh giá	Đặc tính sử dụng liên tục	Lực kết dính (N/100mm)	Sau 20 phút	2950	2800	2610	2380	2150	2000	1850	2900
			Ngày sau khi trộn	0,05	0,05	0,06	0,05	0,05	0,05	0,04	0,06
			Sau 3 giờ	0,15	0,15	0,17	0,16	0,16	0,16	0,13	0,11
			Sau 8 giờ	1,01	1,06	1,14	1,10	1,02	0,97	0,69	0,98
			Sau 24 giờ	28,2	29,8	31,2	29,2	27,2	26,0	17,4	20,8
	Thử nghiệm sức chịu đựng chứa 60°C sau 4 tuần	Phần lớp chất khí (N/15mm, [tình trạng])	Kiểu T	[5]	[5]	[5]	[5]	[5]	[5]	19,0, [2]	19,0, [2]
			HS	67, [6]	67, [6]	70, [6]	70, [6]	70, [6]	72, [6]	69, [6]	69, [6]
			Hình thức bên ngoài	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt
			Kiểu T	3,7, [3]	3,7, [3]	3,8, [3]	3,9, [3]	4,5, [3]	6,1, [3]	3,3, [3]	4,8, [3]
			HS	65, [6]	68, [6]	71, [6]	69, [6]	68, [6]	69, [6]	57, [6]	60, [6]
		Phần lớp chất lỏng (N/15mm, [tình trạng])	Hình thức bên ngoài	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt
			Kiểu T	3,8, [3]	3,9, [3]	4,0, [3]	4,0, [3]	4,1, [3]	4,3, [3]	5,7, [3]	5,9, [3]
			HS	57, [6]	57, [6]	59, [6]	59, [6]	55, [6]	55, [6]	59, [6]	62, [6]

Bảng 3

Ví dụ số/Ví dụ so sánh số													
Công thức	Thành phần polyisoxyanat	Tiền polyme được ngắt mạch bởi nhóm diisoxyanat		Loại	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3	Ví dụ so sánh 4		
		Loại											
		Phần trọng lượng											
		Loại											
		Phần trọng lượng											
	Dẫn xuất	Tỷ lệ mol của nhóm isoxyanurat/nhóm alophanat		% mol	95/5	95/5	95/5	100/0	56/44	40/60	0/100		
		Tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion		% mol	3,0	7,0	1,0	2,0	0,8	0,6	1,3		
		Độ nhớt ở 25°C		mPa.s	1850	1790	1900	2250	500	380	100		
		Tỷ lệ trọng lượng của tiền polyme được ngắt mạch bởi nhóm diisoxyanat/dẫn xuất		Phần trọng lượng	60/40	60/40	60/40	60/40	60/40	60/40	60/40		
		Thành phần polyol		Loại	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1		
Đánh giá	Tỷ lệ trộn của thành phần polyisoxyanat/thành phần polyol	Tỷ lệ trộn của thành phần polyisoxyanat/thành phần polyol		Tỷ lệ trộn trọng lượng	100/50	100/50	100/50	100/50	100/50	100/50	100/50		
		Đặc tính sử dụng liên tục	Độ nhớt của hỗn hợp lỏng thu được ngay sau khi trộn (mPa.s/70°C)		Sau 2 phút	890	860	1440	380	360	390		
			Lực kết dính (N/100mm)		Sau 20 phút	2600	2590	3880	1800	1500	1000		
					Ngay sau khi trộn	0,05	0,06	0,05	0,05	0,04	0,03	0,02	
					Sau 3 giờ	0,14	0,13	0,15	0,13	0,11	0,08	0,03	
	Thử nghiệm sức chịu đựng chứa	Sau 8 giờ			1,05	0,99	1,10	0,92	0,44	0,35	0,12		
		Sau 24 giờ		28,9	24,8	29,0	22,0	11,9	8,5	4,0			
		Ngay sau khi hàn (N/15mm, [tình trạng])	Kiểu T	[5]	19,0, [2]	[5]	19,0, [2]	[5]	17,5, [2]				
			HS	65, [6]	70, [6]	70, [6]	67, [6]	75, [6]	73, [6]				
			Hình thức bên ngoài	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt				
Kiểu T	3,8, [3]		3,5, [3]	3,5, [3]	5,7, [3]	[5]	2,6, [4]						
Thử nghiệm sức chịu đựng chứa	HS		67, [6]	55, [6]	71, [6]	70, [6]	70, [6]	63, [6]	47				
	Hình thức bên ngoài	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt						
		Kiểu T	4,0, [3]	3,8, [3]	4,0, [3]	5,1, [3]	17,5, [2][3]	[5]					
		HS	56, [6]	59, [6]	60, [6]	55, [6]	69, [6]	48					

Bảng 4

Ví dụ so sánh số																
Công thức	Tiền polyme được ngắt mạch bởi nhóm diisoxyanat		Loại	Loại	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	Ví dụ so sánh 10	Ví dụ so sánh 11					
	Thành phần polyisoxyanat	Loại			NCO-1	NCO-1	NCO-1	NCO-1	NCO-1	NCO-1	NCO-1					
		Phần trọng lượng			H1	H2	H3	H4	H5	H6	H7					
		Loại			100	100	100	100	100	100	100					
		Phần trọng lượng														
		Dẫn xuất	Tỷ lệ mol của nhóm isoxyanurat/nhóm alophanat	% mol	99/1	98/2	95/5	90/10	85/15	80/20	70/30					
	Tỷ lệ trộn của thành phần polyisoxyanat/thành phần polyol	Tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion		% mol	2,0	1,9	1,8	1,1	1,0	0,9	0,9					
		Độ nhớt ở 25°C		mPa.s	2800	2620	2430	2100	1430	1200	760					
		Tỷ lệ trọng lượng của tiền polyme được ngắt mạch bởi nhóm diisoxyanat/dẫn xuất		Phần trọng lượng	60/40	60/40	60/40	60/40	60/40	60/40	60/40					
	Thành phần polyol		Loại	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1	OH-1					
Tỷ lệ trộn của thành phần polyisoxyanat/thành phần polyol		Tỷ lệ trọng lượng	100/50	100/50	100/50	100/50	100/50	100/50	100/50	100/50						
Đánh giá	Đặc tính sử dụng liên tục	Độ nhớt của hỗn hợp lỏng thu được ngay sau khi trộn (mPa.s/70°C)	Sau 2 phút	1700	1680	1650	1310	1120	910	600						
			Sau 20 phút	4120	4080	4030	3450	2850	2340	2200						
			Ngày sau khi trộn	0,06	0,06	0,06	0,06	0,05	0,05	0,05						
			Sau 3 giờ	0,18	0,18	0,17	0,16	0,15	0,15	0,13						
			Sau 8 giờ	0,90	0,90	0,86	0,72	0,68	0,65	0,58						
			Sau 24 giờ	20,5	20,2	19,8	19,2	18,4	17,2	13,8						
	Thử nghiệm sức chịu đựng chứa	Ngày sau khi hàn (N/15mm, [tình trạng])		Kiểu T	[5]	[5]	[5]	[5]	19,5, [2]	19,5, [2]	19,5, [2]					
		Phần lớp chất khí (N/15mm, [tình trạng])	HS	60, [6]	62, [6]	66, [6]	70, [6]	66, [6]	60, [6]	59, [6]						
			Hình thức bên ngoài	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt						
			Phần lớp chất lỏng (N/15mm, [tình trạng])	Kiểu T	4,0, [3]	4,2, [3]	4,0, [3]	3,9, [3]	5,2, [3]	5,5 [3]	5,7, [34]					
HS	72, [6]	69, [6]		70, [6]	68, [6]	64, [6]	66, [6]	66, [6]								
Thử nghiệm sức chịu đựng chứa	Hình thức bên ngoài		Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt						
	Phần lớp chất lỏng (N/15mm, [tình trạng])	Kiểu T	3,9, [3]	4,0, [3]	3,9, [3]	3,9, [3]	3,3, [3]	3,5, [3]	3,5, [3]							
Thử nghiệm sức chịu đựng chứa		HS	59, [6]	62, [6]	60, [6]	66, [6]	63, [6]	61, [6]	60, [6]							

Mô tả chữ viết tắt và ký hiệu trong các bảng từ 2 đến 4

NCO-1: tiền polyme A được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat

NCO-2: tiền polyme B được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat

OH-1: polyuretan polyol

Thử nghiệm hấp thanh trùng

Mỗi chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn (nhiệt độ làm việc: 80°C, lượng sử dụng: 3,0g/m²) (sau đây, có thể được viết tắt là chất kết dính) của các ví dụ từ 12 đến 14 và ví dụ so sánh từ 12 đến 17 được cho lên bề mặt nhôm của màng composit vật liệu lớp thứ nhất, trong đó màng polyetylen terephthalat (màng este, E5102, độ dày: 12μm, được sản xuất bởi TOYOBO CO., LTD.) và màng nhôm (nhôm mềm, độ dày: 9μm, được sản xuất bởi TOYO ALUMINIUM K.K.) được liên kết với nhau trước đó bằng chất kết dính dung môi khác (nhiệt độ làm việc: 24°C, lượng sử dụng: 3,0g/m²) để được liên kết với màng polypropylen (RXC-22, độ dày: 60μm, được sản xuất bởi Mitsui Chemicals Tohcello. Inc.). Sau khi được già hóa ở 40°C trong ba ngày, một chiếc túi (độ rộng vết hàn nằm trong khoảng từ 5 đến 10mm, điều kiện hàn: 210°C × 0,15mPa × 0,6 giây) có kích thước 130mm × 175mm được tạo ra, và 150g xốt hỗn hợp (tỷ lệ thể tích: 1:1:1) bao gồm giấm (giấm ngũ cốc được sản xuất bởi Mizkan Holdings Co., Ltd.), dầu thực vật (dầu salad được sản xuất bởi The Nisshin Oil Group, Ltd.), và tương cà chua (tương cà chua được sản xuất bởi KAGOME CO., Ltd.) là lượng được cho vào trong túi. Túi nhận được được để đứng ở 121°C trong 30 phút để được tham gia xử lý hấp thanh trùng bằng thiết bị hấp thanh trùng tuần hoàn nước nóng. Độ bền bóc keo kiểu T và độ bền hàn nhiệt (HS) được đo trước hoặc sau khi xử lý hấp thanh trùng. Độ bền bóc keo kiểu T và độ bền hàn nhiệt (HS) được đo bằng mẫu thử nghiệm có chiều rộng 15mm, tốc độ kéo giãn 300mm/phút, và trong môi trường 24°C bằng thử nghiệm bóc keo kiểu T (theo JIS K 6854). Tình trạng bên ngoài sau khi xử lý hấp thanh trùng được đánh giá bằng mắt thường. Tiêu chuẩn đánh giá được thể hiện dưới đây.

Đánh giá độ bền bóc keo kiểu T

1: bong tróc màng nhôm và chất kết dính

2: bong tróc màng polypropylen và chất kết dính

Đánh giá hình thức bên ngoài

Tốt: không bong tróc

Kém: bong tróc một phần

Tồi: bong tróc hoàn toàn

Kết quả đánh giá thử nghiệm hấp thanh trùng được thể hiện trong bảng 5

Bảng 5											
Ví dụ số/Ví dụ so sánh số											
Công thức	Thành phần polyisoxyanat (dẫn xuất)	Loại	Ví dụ 12	Ví dụ 13	Ví dụ 14	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 17
		Phần trọng lượng	100	100	100	100	100	40	100	100	100
		Loại						P5			
		Phần trọng lượng						60			
		Tỷ lệ mol của nhóm isoxyanurat/nhómalophanat	95/5	80/20	67/33	100/0	56/44	40/60	0/100	95/5	70/30
		Tỷ lệ hàm lượng của nhóm uretdion	1,0	0,6	0,7	2,0	0,8	0,6	1,3	1,8	0,9
	Tỷ lệ trộn của thành phần polyol/thành phần polyisoxyanat	Độ nhót ở 25°C	1900	900	750	2250	500	380	100	2430	760
		Thành phần polyol	OH-2	OH-2	OH-2	OH-2	OH-2	OH-2	OH-2	OH-2	OH-2
		Tỷ lệ trọng lượng	100/63	100/66	100/68	100/63	100/72	100/71	100/76	100/74	100/69
		Đánh giá	Thử nghiệm hấp thanh trùng	Trước thử nghiệm	4,1, [1]	4,5, [1]	5,2, [1]	4,0, [1]	6,0, [1]	6,0, [1]	14, [2]
HS (N/15mm)	40			41	40	38	42	45	49	39	41
Kiểu T (N/15mm, [tình trạng]	2,1, [1]			2,1, [1]	2,4, [1]	2,2, [1]	2,5, [1]	2,4, [1]	5,5, [1]	1,9, [1]	2,4, [1]
HS (N/15mm)	33			33	32	33	30	24	27	34	34
Hình thức bên ngoài			Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	Tốt	

Mô tả chữ viết tắt và ký hiệu trong bảng 5

OH-2: polyeste polyol

5. Lưu ý:

Thấy được rằng so với chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn chứa dẫn xuất của hexametylen diisoxyanat, độ nhớt của chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn chứa dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat trong thành phần polyisoxyanat trong 2 phút sau khi trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, và độ nhớt của nó trong 20 phút sau khi trộn nói chung là thấp, và ngoài ra, lực kết dính phát triển trong 24 giờ sau khi trộn nói chung là lớn.

Cụ thể, trong thành phần polyisoxyanat, khi tỷ lệ hàm lượng của nhóm alophanat nhỏ hơn tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat, đặc biệt là, khi tỷ lệ mol của nhóm isoxyanurat/nhóm alophanat lớn hơn hoặc bằng 80/20 (%mol), nhất là, lớn hơn hoặc bằng 90/10 (%mol), lực kết dính của chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn chứa dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat trong thành phần polyisoxyanat so với chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn chứa dẫn xuất của hexametylen diisoxyanat là lớn.

Hơn nữa, trong chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn chứa dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat, như được xác nhận trong các ví dụ từ 1 đến 6, trong lúc đó giá trị lớn nhất của lực kết dính nằm trong vùng lân cận của tỷ lệ mol của nhóm isoxyanurat/nhóm alophanat là 95/5 (% mol), trong chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn chứa dẫn xuất của hexametylen diisoxyanat, như được xác nhận trong các ví dụ so sánh từ 5 đến 10, ngay cả khi tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat tăng, lực kết dính chỉ tăng từ từ vì tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat tăng lên.

Do đó, thấy rằng có sự khác biệt lớn về xu hướng của lực kết dính xảy ra giữa trường hợp ở đó dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat có mặt trong thành phần polyisoxyanat và trường hợp ở đó dẫn xuất của hexametylen diisoxyanat có mặt trong đó

nhờ sự khác biệt về tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat (hoặc nhóm alophanat) trong chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn.

Cũng thấy rằng việc sử dụng chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn chứa dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat trong thành phần polyisoxyanat có độ bền hàm lượng và độ bền hấp thanh trùng như nhau do việc sử dụng chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn chứa dẫn xuất của hexametylen diisoxyanat.

Trong lúc đó các phương án minh họa theo sáng chế được đề xuất trong phần mô tả nêu trên, là nhằm mục đích minh họa và không được hiểu là hạn chế phạm vi của sáng chế. Sửa đổi và biến thể của sáng chế sẽ hiển nhiên đối với những người có trình độ trong lĩnh vực này sẽ được bao hàm bởi các phần Yêu cầu bảo hộ dưới đây.

Khả năng áp dụng trong công nghiệp

Chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo sáng chế, ví dụ, có thể được sử dụng trong các túi phụ dạng đứng và các loại bao bì khác trong lĩnh vực vệ sinh cá nhân, bao bì đựng thực phẩm hấp thanh trùng và bao bì đựng thực phẩm khô, bao bì đựng dược phẩm, bao bì đựng linh kiện điện tử và điện, bao bì đựng pin như pin mặt trời và pin nhiên liệu, bao bì dùng trong đời sống như túi mua hàng, vật liệu bọc sách, và nhãn dán, và vật liệu xây dựng và công nghiệp như các tấm trang trí.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn, trong đó chất kết dính này chứa:

thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol, trong đó:

thành phần polyisoxyanat chứa:

dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat,

dẫn xuất của pentametylen diisoxyanat chứa nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat, và

tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat là lớn hơn hoặc bằng 60mol và nhỏ hơn hoặc bằng 99mol.

2. Chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo điểm 1, trong đó:

nhóm alophanat được tạo ra từ pentametylen diisoxyanat và rượu bậc một.

3. Chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo điểm 1, trong đó:

tỷ lệ hàm lượng của nhóm isoxyanurat đối với lượng tổng cộng 100mol của nhóm isoxyanurat và nhóm alophanat là lớn hơn hoặc bằng 90mol và nhỏ hơn hoặc bằng 98mol.

4. Chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo điểm 1, trong đó:

thành phần polyisoxyanat chứa tiền polyme được ngắt mạch bằng nhóm diisoxyanat mà là sản phẩm phản ứng của diisoxyanat chứa diisoxyanat có nhóm aryl và nhóm béo và diol chứa diol có trọng lượng phân tử cao có trọng lượng phân tử trung bình số lớn hơn hoặc bằng 300 và nhỏ hơn hoặc bằng 2000.

5. Chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo điểm 1, trong đó:

độ nhớt của nó ở 70°C trong 2 phút sau khi trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol lớn hơn hoặc bằng 400mPa·s và nhỏ hơn hoặc bằng 1600mPa·s.

6. Chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo điểm 1, trong đó:

độ nhớt của nó ở 70°C trong 20 phút sau khi trộn thành phần polyisoxyanat và thành phần polyol nhỏ hơn hoặc bằng 4000mPa·s.

7. Sản phẩm nhựa được hóa rắn, trong đó sản phẩm này là:

sản phẩm được hóa rắn của chất kết dính vật liệu lớp hai thành phần loại không dung môi có thể hóa rắn theo điểm 1.